

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11)

EP 0 543 017 B1

AG

(12)

## EUROPEAN PATENT SPECIFICATION

(45) Date of publication and mention  
of the grant of the patent:  
25.02.1998 Bulletin 1998/09

(21) Application number: 92911022.9

(22) Date of filing: 01.06.1992

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: B22F 9/08, B22F 9/10

(86) International application number:  
PCT/JP92/00710

(87) International publication number:  
WO 92/21462 (10.12.1992 Gazette 1992/31)

### (54) METHOD AND DEVICE FOR MAKING METALLIC POWDER

VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG VON METALLPULVER

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR LA PRODUCTION DE POUDRES METALLIQUES

(84) Designated Contracting States:  
BE DE FR GB IT SE

(30) Priority: 05.06.1991 JP 134349/91  
17.09.1991 JP 236414/91

(43) Date of publication of application:  
26.05.1993 Bulletin 1993/21

(73) Proprietor: Kubota Corporation  
Osaka-shi, Osaka 556 (JP)

(72) Inventors:  
• ISSHIKI, Naotsugu  
2-29-6, Kyodo  
Tokyo 156 (JP)  
• IZAKI, Hiroshi  
Okajima Factory, Kubota Corp.  
Osaka 551 (JP)  
• TOKUNAGA, Yosimitsu  
Okajima Factory, Kubota Corp.  
Osaka 551 (JP)

• YOSHINO, Syolchi  
Okajima Factory, Kubota Corp.  
Osaka-shi Osaka 551 (JP)  
• YOSHINO, Masanori  
Okajima Factory, Kubota Corp.  
Osaka 551 (JP)  
• AOKI, Toshiyuki  
Okajima Factory, Kubota Corp.  
Osaka-shi Osaka 551 (JP)

(74) Representative:  
Pellmann, Hans-Bernd, Dipl.-Ing. et al  
Patentanwaltsbüro  
Tiedtke-Böhling-Kinne & Partner  
Bavarlaring 4  
80336 München (DE)

(56) References cited:  
EP-A- 0 226 323 WO-A-89/00470  
JP-A- 1 198 410 JP-A-61 044 111  
US-A- 3 320 338 US-A- 4 405 535

BEST AVAILABLE COPY

EP 0 543 017 B1

Note: Within nine months from the publication of the mention of the grant of the European patent, any person may give notice to the European Patent Office of opposition to the European patent granted. Notice of opposition shall be filed in a written reasoned statement. It shall not be deemed to have been filed until the opposition fee has been paid. (Art. 99(1) European Patent Convention).

## Description

The present invention relates to a method of producing a metal powder according to the preamble of claim 1 and to an apparatus for producing a metal powder according to the preamble of claim 10.

Rapidly solidified metal powders are in the form of fine crystal grains and can be adapted to contain alloy elements to supersaturation, so that the extrudates and sintered materials prepared from rapidly solidified powders are superior to materials prepared by melting in characteristics and have attracted attention as materials for making machine parts.

From the document JP-A-1198410 a generic method and an generic apparatus for producing a metal powder is known. In this apparatus a cooling liquid layer is produced which undergoes a swirling motion on the inner bottom surface of the cooling vessel of the apparatus. For obtaining the cooling liquid layer the cooling vessel has to be rotated. Therefore, the overall apparatus size for realizing the rotation of the cooling vessel is necessarily large.

Furthermore, from the document JP-A-61-44111 a method and an apparatus for producing a metal powder is known, in which a water feed pipe is annularly disposed in the inside of a vessel, in its upper part. For injecting water, the water feed pipe comprises holes. Since these holes are positioned offset with respect to the inside wall surface, the water is injected against the inner peripheral surface, instead of being injected tangentially along the inner peripheral surface.

Other methods of producing rapidly solidified metal powders include the rotary drum method as disclosed in Examined Japanese Patent Publication HEI 1-49769. With this method, a rapidly solidified metal powder is prepared by rotating a cooling drum having a bottom and containing a cooling liquid to centrifugally form a cooling liquid layer over the inner periphery of the drum, and injecting a molten metal into the cooling liquid layer to divide the metal by the cooling liquid layer in a swirling motion.

On the other hand, U.S. Patents No. 4,787,935 and No. 4,869,469 disclose methods and systems for producing a metal powder by atomizing a molten metal stream into spherical molten droplets and supplying the droplets to a swirling downward flow of cooling gas within a cooling cylinder for cooling and solidification.

The rotary drum method is adapted for a so-called batchwise operation and therefore has the problem of being low in productivity. Furthermore, the speed of rotation of the cooling drum, which is limited, poses the problem that it is difficult to give an increased flow velocity to the cooling liquid layer and to obtain a fine powder.

On the other hand, the production methods of the U.S. patents are adapted to continuously prepare a fine powder of 0.1 micrometers in size to a coarse powder of about 1000 micrometers. With these production methods, however, the cooling rate is limited to about  $10^2$  -

$10^7$  °C/sec and fails to achieve a sufficiently rapid cooling effect. Further, because the molten droplets encounter difficulty in undergoing a swirling motion in the central portion of the swirling, cooling gas flow and are cooled at a reduced rate, there arises the problem that the quality of the powder produced is liable to involve variations. Additionally, the cooling cylinder needs to have a considerably large size to form therein a swirling cooling gas flow which is suitable for cooling the molten droplets. This poses another problem in that the methods are difficult to practice readily in view of the installation space and equipment cost.

The object of the present invention is to provide a method of producing a metal powder which is less likely to permit variations in cooling rate, ensures rapid solidification at a great cooling rate and readily gives fine particles, and an production apparatus for producing a metal powder, which is suitable for practicing this method.

The above-mentioned object is achieved by means of the method according to claim 1. This method can be accomplished by means of the apparatus according to claim 10. Preferred embodiments of the inventive method and apparatus are disclosed in the dependent claims 2 to 9 and 11 to 17.

According to an embodiment of the present invention there is provided a method of producing a metal powder by injecting a cooling liquid into a cooling tubular body along an inner peripheral surface thereof to form a cooling liquid layer moving toward a cooling liquid discharge end of the tubular body while swirling along the tubular body inner peripheral surface; supplying a molten metal to a space inside the cooling liquid layer; applying a gas jet as directed toward the cooling liquid layer to the molten metal to divide the molten metal and supply the divided molten metal to the cooling liquid layer; and discharging the cooling liquid containing a metal powder solidified in the liquid layer from the cooling liquid discharge end of the tubular body to outside. The cooling liquid containing the metal powder is discharged to outside preferably through a discharge pipe attached to a closure provided at the discharge end of the tubular body while filling the pipe with the cooling liquid.

The present invention further provides a production apparatus comprising a cooling tubular body having a cooling liquid injection channel for injecting a cooling liquid into the tubular body along an inner peripheral surface thereof; molten metal supply means for supplying a molten metal into a space inside a cooling liquid layer formed by the cooling liquid injected from the injection channel and moving toward a cooling liquid discharge end of the tubular body while swirling along the tubular body inner peripheral surface; gas jet injection means for producing a gas jet to divide the molten metal and supply the divided molten metal to the cooling liquid layer; and cooling liquid supply means for supplying the cooling liquid to the cooling liquid injection channel.

Preferably, the tubular body has a closure attached to its cooling liquid discharge end, and a discharge pipe attached to the closure for discharging the cooling liquid therethrough with the pipe filled with the cooling liquid.

According to the present invention, the cooling liquid injected from the injection channel into the tubular body along the inner peripheral surface thereof moves toward an opening at the discharge end of the body while swirling along the inner peripheral surface, whereby a cooling liquid layer of approximately uniform inside diameter is formed on the inner peripheral surface of the tubular body by virtue of the centrifugal force of the swirling motion. This layer is formed by the cooling liquid which is newly supplied at all times, and therefore readily maintained at a constant temperature. Since the cooling medium is a liquid, the medium is superior to gases in cooling ability. For these reasons, the cooling liquid layer can be small in the radius of swirling motion and in thickness, with the result that the cooling tubular body for forming the layer therein can be compact.

The gas jet injected from the injection means and directed toward the cooling liquid layer is forced against the molten metal supplied from the molten metal supply means into the space inside the cooling liquid to divide the molten metal. The divided molten metal (molten droplets) is sputtered toward the cooling liquid layer, and all the droplets are reliably supplied to and injected into the liquid layer. The molten droplets injected into the cooling liquid layer produce a vapor of the cooling liquid therearound, whereas the vapor is rapidly released from around the droplets. The reason is that since the liquid layer has a flow velocity which increases toward the center of the swirling motion, i.e., a gradient distribution of flow velocities, the molten droplets injected into the layer are in rotating motion. Consequently, the molten droplets have their outer peripheral surfaces always held in contact with the cooling liquid, are therefore cooled at a high rate and make particles which are free of surface contamination with the vapor. Further because the size of molten droplets to be formed by dividing is adjustable easily by controlling the flow velocity of the gas jet and the flow rate thereof, the desired rapidly solidified fine powder can be prepared with ease. Moreover, the cooling liquid layer remains unchanged and stabilized in temperature and surface condition, permitting the molten droplets to cool under a definite condition to give a powder of stabilized quality.

Since the cooling liquid layer is continuously formed, the powder can be produced also continuously by continuously supplying the molten metal and continuously applying the gas jet to the molten metal to divide the metal and supply the divided metal to the liquid layer. The metal powder solidified within the cooling liquid layer is continuously discharged from the liquid discharge end opening of the tubular body along with the cooling liquid.

It is desired to provide a closure for the liquid discharge end opening of the tubular body and to attach a

discharge pipe to the closure so that the cooling liquid containing the metal powder can be discharged to outside through the pipe with the pipe filled with the cooling liquid. When the liquid is discharged in this way, the space inside the cooling liquid layer can be filled with the jet-forming gas easily. The molten droplets can be prevented from oxidation by using a suitable nonoxidizing gas, such as inert gas or reducing gas, as this gas.

In the following the invention is further illustrated by embodiments with reference to the enclosed drawings.

FIG. 1 is a fragmentary sectional view of a metal powder production apparatus embodying the invention;

FIG. 2 is a fragmentary sectional view of another embodiment of apparatus;

FIG. 3 is a fragmentary sectional view of a third embodiment of apparatus;

FIG. 4 is a fragmentary sectional view of a fourth embodiment of apparatus;

FIG. 5 is a sectional diagram illustrating a molten metal continuous feeder;

FIG. 6 is an overall layout of metal powder continuous production equipment;

FIG. 7 is a fragmentary sectional view of a metal powder production apparatus used in a preparation example of the invention;

FIG. 8 is a diagram showing the relation in position between a thin stream of molten metal and a gas jet used in the preparation example and as seen from above;

FIG. 9 is a graph showing the particle size distribution of metal powders prepared in the example and a comparative preparation example; and

FIG. 10 is a graph showing the relation between the cooling rate and the particle size of metal powder prepared in another preparation example of the invention.

FIG. 1 shows a metal powder production apparatus embodying the present invention. The apparatus comprises a cooling tubular body 1 having an inner peripheral surface for forming a cooling liquid layer 9 thereon, a crucible 15 serving as means for supplying a molten metal 25 in the form of a thin downward stream to a space 23 inside the cooling liquid layer 9, a pump 7 serving as means for supplying a cooling liquid to the tubular body 1, and a jet nozzle 24 serving as gas jet injection means for injecting a gas jet 26 for dividing the downward stream of molten metal 25 into molten droplets and supplying the droplets to the cooling liquid layer 9.

The tubular body 1 is hollow and cylindrical, is installed with its axis positioned vertically and has an upper-end opening provided with an annular closure 2. The closure 2 is centrally formed with an opening 3 for supplying the molten metal to the interior of the cooling tubular body 1 therethrough. The cooling body 1 is

formed at an upper portion thereof with a plurality of cooling liquid injection tubes 4 having a cooling liquid injection channel 5 and arranged at equal spacings circumferentially of the body. The channel 5 has an outlet (discharge outlet) which is so opened as to inject the cooling liquid into the tubular body 1 along the inner peripheral surface tangentially thereof. The center line of the opening portion of the channel 5 extends obliquely downward at an angle of about 0 to about 20° with respect to a plane orthogonal to the axis of the tubular body. The liquid injection tubes 4 are connected by piping to a tank 8 by way of a pump 7, which forces up the cooling liquid within the tank 8 and supplies the liquid to the inner peripheral surface of the tubular body 1 through the injection channels 5 of the injection tubes 4. Thus the cooling liquid layer 9 is formed on the inner peripheral surface of the tubular body 1. This layer flows down while swirling along the inner peripheral surface. The tank 8 is provided with an unillustrated a cooling liquid replenishing pipe. A cooler may be provided suitably within the tank 8 or at an intermediate portion of a channel for recycling the cooling liquid. Water is generally used as the cooling liquid since water is excellent in cooling ability and inexpensive. Alternatively, oil or like liquid for use in quenching hot metals may be used. When water is to be used, it is desired to remove dissolved oxygen from the water before use. Oxygen removing devices are readily available commercially.

A ring 10 for adjusting the thickness of the cooling liquid layer 9 is attached to an inner peripheral lower portion of the cooling tubular body 1 by bolts removably and replaceably. The thickness adjusting ring 10 limits the downward flow velocity of the cooling liquid, whereby the cooling liquid layer 9 can be readily formed with an approximately uniform inside diameter at a low flow rate. The tubular body 1 has a cooling liquid discharge end, i.e., a lower-end opening, which is provided with a hollow cylindrical draining net 11. A funnel-shaped powder collecting container 12 is attached to the lower end of the net 11. A cooling liquid collecting cover 13 is provided around and covers the net 11. The collecting cover 13 is provided in its bottom with a liquid outlet 14, which is connected to the tank 8 by piping.

The crucible 15 serving as the molten metal supply means and disposed above the cooling tubular body 1 is made of graphite, silicon nitride or like refractory and comprises a hollow cylindrical crucible body 16 having a bottom 19, and a closure 17 for closing an opening at the upper end of the body 16. The crucible body 16 is provided with a heating induction coil 18 therearound and has a nozzle orifice 20 extending vertically through the bottom 19. The nozzle orifice 20 is opposed to the opening 3 of the annular closure 2. The closure 17 of the crucible 15 has a bore 21 for injecting a pressure medium such as Ar, N<sub>2</sub> or like inert gas and molten metal sent forward into the crucible therethrough. The molten metal 22 within the crucible 15 is forced through the nozzle orifice 20 and then through the opening 3

into the space 23 inside the cooling liquid layer 9 by the inert gas or the like injected into the crucible through the injection bore 21 under pressure.

Disposed in the space 23 inside the cooling liquid layer 9 is a jet nozzle 24 for jetting a compressed gas, such as air or inert gas, which is used in the usual gas atomization process. The nozzle 24 is attached to the forward end of a compressed gas supply pipe 27 inserted through the opening 3 of the annular closure 2 and has an orifice which is directed toward the thin stream of molten metal 25 forced out from the nozzle orifice 20 and toward the cooling liquid layer 9.

While the outlets of the cooling liquid injection channels 5 are formed in the side surface of an upper portion of the cooling tubular body 1 as illustrated, the distance of the outlets from the thickness adjusting ring 10, if large, results in the likelihood that the liquid layer 9 will have a reduced thickness at its midportion when the cooling liquid flows down at an increased velocity. It is therefore desirable that the outlets of the injection channels 5 be positioned between the upper face of the adjusting ring 10 and the midportion between the upper end of the tubular body 1 and the upper face of the ring 10. Even when the outlets are so positioned, the cooling liquid is centrifugally forced upward above the outlets, forming the same liquid layer of definite thickness as below the outlets.

The apparatus described operates in the following manner to produce a metal powder. First, the pump 7 is operated to form a cooling liquid layer 9 on the inner peripheral surface of the tubular body 1. Next, the molten metal 22 within the crucible 15 is forced out downward through the nozzle orifice 20, with a gas jetted from the jet nozzle 24 at a high speed as indicated at 26. The gas jet 26 from the jet nozzle 24 is applied to the molten metal 25 forced out from the crucible 15 in the form of a thin stream, dividing the molten metal 25 and sputtering the resulting molten droplets against the cooling liquid layer 9. The molten droplets thus sputtered are injected into the cooling liquid layer 9 which flows down while swirling and are rapidly cooled and solidified into metal particles. In this case, the shape of the particles can be altered from spherical to flat indefinite forms by suitably determining the distance from the location where the gas jet 26 collide with the molten metal 25 to the cooling liquid layer 9. For example, if the distance to the liquid layer 9 is small, the molten droplets divided by the gas jet 26 are injected into the liquid layer 9 before a solidified shell is formed over the surface, and are divided by the liquid layer 9 again to form fine particles of indefinite shape. Conversely, if the distance is sufficiently large, the solidified shell is formed over the surfaces of the molten droplets, permitting the droplets to remain substantially spherical when injected into the cooling liquid layer 9.

The metal powder in the cooling liquid layer 9 then flows down over the thickness adjusting ring 10 while swirling with the cooling liquid and enters the draining

net 11 from the lower-end opening of the cooling tubular body 1. The cooling liquid in the net is centrifugally forced radially outward from the net 11, whereby the metal powder has its liquid content reduced by primary draining. The metal powder thus drained of the liquid enters the powder collecting container 12. The powder is discharged from the container, further drained of the liquid by a centrifuge or like liquid removing device and dried by a dryer. The cooling liquid forced out from the net 11 is returned from the collecting cover 13 to the tank 8 and recycled for use.

FIG. 2 shows another metal powder production apparatus embodying the invention. Throughout FIGS. 1 and 2, like parts are designated by like reference numerals.

This embodiment has a cooling tubular body 1 which is installed with its axis inclined, and a cooling liquid injection channel 5 formed directly in the tubular body 1 which has a large wall thickness. The channel 5 has an inlet formed in the outer peripheral surface of the tubular body 1 and connected to a pump 7 by piping. The body 1 has a lower-end opening which is provided with a funnel-shaped closure 31 for closing the opening. The closure has a discharge pipe 33 attached to its bottom. The interior of the pipe serves as a discharge channel 32 for a cooling liquid. A thickness adjusting ring 10 having a tapered upper race is attached with bolts to the inner periphery of a lower portion of the tubular body 1. The discharge pipe 33 so extends that an outer-end opening (outlet) thereof is positioned above a tank 8, and is provided with a flow regulating valve 34 at an intermediate portion thereof. The tank 8 has an upper opening which is removably provided with a net basket 35.

With the present embodiment, the cooling liquid can be discharged with the discharge channel 32 filled with the liquid by suitably adjusting the opened position of the flow regulating valve 34. This makes it possible to prevent gas from flowing out through the discharge pipe 33 and to fill the space 23 inside the cooling liquid layer 9 with the gas of gas jet 26 from a jet nozzle 24. Accordingly, the oxidation of divided molten droplets can be prevented effectively by using an inert gas or like nonoxidizing gas.

FIG. 3 shows a third embodiment of metal powder production apparatus, wherein a cooling tubular body 1 is formed in its inner peripheral surface with outlets of cooling liquid injection channels 5 as arranged in a plurality of (two) stages. The number of stages of injection channels 5 and the spacing therebetween with respect to the axial direction of the tubular body differ in accordance with the inside diameter of the tubular body, rate of discharge of the cooling liquid, pressure of injection, position of lower thickness adjusting ring 10, etc. A suitable number of stages may be provided as approximately equidistantly spaced apart so as to obtain a cooling liquid layer of substantially uniform inside diameter. The present embodiment has a plurality of stages

of cooling liquid injection channels 5 above the thickness adjusting ring 10. This arrangement serves to prevent the liquid layer 9 above the ring 10 from decreasing in thickness owing to an increase in the downward flow velocity of the cooling liquid. The liquid layer 9 can therefore be formed easily with a substantially uniform inside diameter and a constant swirling velocity over an elongated region on the inner peripheral surface of the tubular body 1, hence an elongated cooling zone. As seen in the drawing, the thickness adjusting ring may be provided between the stages of injection channels 5 adjacent to each other axially of the tubular body as indicated at 10A, whereby the thickness and flow velocity of the layer 9 can be more stabilized. However, the cooling liquid injection channel 5 provided in a single stage in combination with a plurality of thickness adjusting rings is also effective for preventing the decrease in the thickness of the layer 9.

With the third embodiment of FIG. 3, a buffer flange 28 is removably attached to the inner periphery of the net 11 as by bolts. The flange 28 reduces the downward flow velocity of the cooling liquid to ensure drainage for a longer period of time for effective centrifugal removal of the liquid.

FIG. 4 shows a fourth embodiment of metal powder production apparatus, which has a cooling tubular body 1 installed with its axis inclined, and two jet nozzles 24, 24 attached to compressed gas supply pipes 27, 27 for producing gas jets 26 intersecting each other in a V-form in a space 23 inside a cooling liquid layer 9 on the inner peripheral surface of the body. Each of the jet nozzles 24, 24 has an orifice which is in the form of a slit, and the gas jet 26 is in the form of a film having a given width. The intersecting gas jets are V-shaped in section as illustrated in the drawing. A molten metal 25 flows out from a nozzle orifice 20 of a crucible 15 downward to the region where the V-shaped gas jets intersect, and is thereby divided. The V-shaped gas jets effectively divide the molten metal, forcing the divided molten droplets from the region of intersection into the inner periphery of the cooling liquid layer 9 over a specified area for the injection of the droplets even if the molten metal 25 flows down as somewhat deflected. Incidentally, a jet nozzle may be used which has a nozzle orifice in the form of an inverted conical slit for forming a gas jet defining an inverted conical face, such that the molten metal is supplied to the vertex of the jet. Alternatively, a plurality of jet nozzles each adapted to produce a linear gas jet may be arranged in an inverted conical form to provide an inverted conical assembly of linear gas jets for the molten metal to be supplied to the vertex of the assembly.

With the third and fourth embodiments, the cooling tubular body 1 is provided at its lower-end opening with a draining net 11, through which the gas forming the jet or jets 26 flows out. However, the lower-end opening may be provided with the closure 31 shown in FIG. 2 and having the discharge pipe 33. The space 23 inside

the cooling liquid layer 9 can then be readily filled with the jet-forming gas by controlling the flow regulating valve 34 mounted on an intermediate portion of the discharge pipe 33.

With the foregoing embodiments, the cooling tubular body 1 is in the form of a hollow cylinder, but is not limited to this shape. The body may be so shaped as to have a rotationally symmetric inner peripheral surface the diameter of which gradually decreases toward the direction of movement of the cooling liquid. For example, the body may be in the form of a funnel. In the case where the body is trumpet-shaped with a paraboloid of revolution, a cooling liquid layer of uniform inside diameter can be formed even if no thickness adjusting ring is used. Further with the illustrated embodiments, the cooling tubular body is installed with its axis positioned vertically or obliquely, whereas this position is not limitative. The axis of the tubular body may be in any position insofar as cooling water can be injected into the body at a sufficient rate so as to form a cooling liquid layer 9 on the tubular body inner peripheral surface.

Further in the case of the illustrated embodiments, the thickness adjusting ring 10 has a horizontal or tapered upper face, which nevertheless is not limitative. For example, the ring may have a streamlined curved face extending from the outer peripheral edge of its upper end toward the inner peripheral edge of its lower end with a gradually decreasing diameter. Although the molten metal 22 in the crucible 15 is forced out through the nozzle orifice 20 under the pressure exerted by a pressure medium, the metal 22 may be forced out (caused to flow out) from the nozzle orifice 20 under gravity acting on itself without using the pressure medium.

The powders to be produced according to the invention are not limited to those of metals having a low melting point, such as aluminum and alloys thereof, but include those of metals having a high melting point, such as titanium, nickel, iron and alloys thereof. Thus the metals to be treated are not limited specifically.

FIGS. 5 and 6 show the overall construction of an example of metal powder continuous production equipment which includes the metal powder production apparatus already described with reference to FIG. 1 as the first embodiment and which is adapted to carry out a sequence of operations from the supply of molten metal through the production of metal powder, removal of the liquid and drying. With this equipment, the molten metal supplied from a molten metal continuous feeder 41 is treated by the metal powder production apparatus 42 already described, a continuous liquid removing device 43 and a continuous dryer 44 and made into a metal powder product. One of the other embodiments is of course usable as the metal powder production apparatus.

The molten metal continuous feeder 41 comprises a container 46 made of a heat-insulating refractory material. The container 46 has a molten metal inlet 48

closable with a closure 47, a pipe 49 for supplying an inert gas or like pressure medium, a discharge pipe 50 for molten metal 53 within the container, and a bottom cavity 52 provided with an induction heating coil 51. The molten metal 53 in the container 46 has its temperature controlled by the coil 51 and is fed to the crucible 15 of the apparatus 42 through the discharge pipe 50 under the pressure of the inert gas, such as argon gas, injected through the supply pipe 49. The discharge pipe 50 is heat-insulated by suitable means such as a heat-insulating layer or induction heater.

The metal powder produced by the apparatus 42 is fed to the continuous liquid removing device 43 by way of the powder collecting container 12 along with the cooling liquid remaining after the primary draining by the draining net 11, and is centrifugally acted on and thereby separated from the liquid. The continuous liquid removing device 43 comprises a rotary drum 55 flaring upward and having an intermediate peripheral wall which is formed by a screen plate with a multiplicity of small holes. The drum 55 has a multiplicity of projecting ribs 56 on its inner periphery for upwardly delivering the powder separated from the liquid. The rotary drum 55 is surrounded by a cooling liquid collecting cover 57, from the bottom of which the cooling liquid separated off is collected in the tank 8. Provided over the drum 55 is a metal powder collecting cover 58 having a discharge chute 59.

The wet metal powder delivered from the discharge chute 59 of the device 43 is subsequently fed to the continuous dryer 44. The dryer 44 comprises a drying container 62 having a porous membrane 61 with a multiplicity of pores, feed means 63 having a rotary feeder for supplying the wet material to an upper portion of the container 62, a hot air producing device 64 for supplying hot air from the bottom of the container 62, and a cyclone 65 for collecting fine particles from the air discharged from the top of the container 62. A discharge pipe 66 is attached to the side wall of the container 62 at its upper to lower portions.

A fluidized layer 67 is formed inside the drying container 62. The wet metal powder is vigorously mixed with the hot air within the layer 67 for heat exchange, rapidly dried and discharged usually in the form of an overflow from the container through the discharge pipe 66.

The molten metal continuous feeder, continuous liquid removing device and continuous dryer for use in practicing the present invention are not limited to those described above, but suitable devices commercially available are usable.

Metal powder preparation examples will be described below in detail.

#### 55 Preparation Example 1

The production apparatus shown in FIG. 7 was used for preparing an aluminum alloy powder. The cool-



ing tubular body 1 shown was 100 mm in inside diameter D. The cooling liquid injection channel 5 had outlets positioned at the midpoint between the upper end of the body 1 and the upper end of the thickness adjusting ring 10. Cooling water was injected into the body at a flow rate of 0.3 m<sup>3</sup>/min from the channel outlets which were 11.5 mm in diameter. Consequently formed above the ring 10 was a cooling liquid layer 9 which was 55 mm in inside diameter d, 50 mm in length h and 43 m/sec in flow velocity at the surface of the water layer.

A molten aluminum alloy (composition: Al-12 Si-1 Mg-1 Cu, in wt. %) was prepared in the crucible 15 at 1000° C. The molten metal 22 in the crucible 15 was pressurized by supplying argon gas thereto at 1.0 kgf/cm<sup>2</sup>, and a thin stream of molten metal 25, 2 mm in diameter, was injected from the nozzle orifice 20 of the crucible 15 into a space 23 inside the liquid layer 9. The stream of molten metal 25 made an injection angle  $\theta_1$  of 30 deg with a horizontal plane.

An air jet 26 was forced out at 5 kgf/cm<sup>2</sup> from the jet nozzle 24 with a nozzle orifice diameter of 6 mm against the molten metal 25 in the space 23, at an angle  $\theta_2$  of 45 deg between the jet 26 and a horizontal plane. When seen from above as shown in FIG. 8, the angle  $\theta_3$  made by the jet 26 with the thin stream of molten metal 25 was 45 deg as measured from the molten metal 25 in the swirling direction A of the cooling liquid layer.

The aluminum alloy powder consequently obtained had a particle size distribution (relation between the particle size of particular particles in the powder and the content in wt. % of the particles of the size based on the whole amount of the powder) indicated at A in FIG. 9. The powder was 291.8 micrometers in mean particle size and 0.90 g/cm<sup>3</sup> in bulk density. The particles were found to be flat and indefinite in shape. This appears to indicate that the molten droplets divided by the air jet were divided again by the cooling liquid layer.

For comparison, an aluminum alloy powder was prepared under the same conditions as above except that no air jet was applied to the molten metal. The result achieved is shown also in FIG. 9 as indicated at B. The powder was 420 micrometers in mean particle size and 0.70 g/cm<sup>3</sup> in bulk density. This reveals that the application of the air jet according to the invention readily produces finer particles.

#### Preparation Example 2

An aluminum alloy powder having the same composition as in Preparation Example 1 was prepared using the apparatus shown in FIG. 2. The cooling tubular body 1 was 200 mm in inside diameter, and the axis of the body was inclined at an angle of 25 deg with respect to a vertical. The cooling liquid injection channel 5 had outlets which were 11.5 mm in diameter and through which cooling water was injected into the body at a flow rate of 0.3 m<sup>3</sup>/min. As a result, a cooling liquid layer 9, 250 mm in inside diameter, 300 mm in length and 20 m/sec in

average flow velocity, was formed between the annular closure 2 and the thickness adjusting ring 10. The flow regulating valve 34 was adjusted to fill the discharge channel 32 with the cooling liquid.

A molten aluminum alloy was prepared at 1000° C in the crucible 15, and the molten metal 22 within the crucible was forced out in the form of a thin stream of molten metal 25, 2 mm in diameter, from the nozzle orifice 20 of the crucible 15 vertically downward into a space 23 inside the liquid layer 9 by supplying argon gas to the crucible 15 at 1.0 kgf/cm<sup>2</sup>.

An argon gas jet 26 was applied at 10 kgf/cm<sup>2</sup> from the jet nozzle 24 with a nozzle orifice diameter of 6 mm to the molten metal 25 in the space 23, whereby the molten metal 25 was made into particles. The angle made by the argon gas jet 26 with the molten metal 25 was 30 deg.

The powder obtained was 200 micrometers in mean particle size and 1.3 g/cm<sup>3</sup> in bulk density. FIG. 10 shows the relation between the particle size and the cooling rate. The cooling rate was determined from the metal structure of particles of the powder. The drawing shows that in the case of the metal powder prepared according to the invention, the cooling rate is 10<sup>4</sup> to 10<sup>5</sup> °C/sec even when relatively large particles, 100 to 1000 micrometers in size, are formed. This indicates that the invention affords a microfine structure. The drawing appears to indicate that the cooling rate for giving particles of 0.1 micrometer in size is at least 10<sup>8</sup> °C/sec.

Next, the powder was checked for gas contents, which were found to be 12 ppm of H<sub>2</sub> and 500 ppm of O<sub>2</sub>. For comparison, an aluminum alloy powder was prepared under the same conditions as above except that the flow regulating valve 34 was fully opened so as not to close the discharge pipe 33 with the cooling water. The resulting powder was found to contain 20 ppm of H<sub>2</sub> and 820 ppm of O<sub>2</sub>. This indicates that the product of the invention is much lower in gas contents than the comparative example.

#### Preparation Example 3

An iron alloy powder was prepared under the same conditions as in Preparation Example 2. The iron alloy had the composition of Fe-1.3 C-4 Cr-3.5 Mo-10 W-3.5 V-10 Co as expressed in wt. %, and was melted at 1600° C.

The powder obtained was 250 micrometers in mean particle size. When checked for gas contents, the powder was found to contain 9 ppm of H<sub>2</sub>, 580 ppm of O<sub>2</sub> and 720 ppm of N<sub>2</sub>. When an iron alloy powder of the same composition as above was prepared under the same conditions as above except that the average flow velocity of the cooling liquid layer was 5 m/sec, the powder was found to contain 15 ppm of H<sub>2</sub>, 1200 ppm of O<sub>2</sub> and 740 ppm of N<sub>2</sub>. This reveals that as the flow velocity of the cooling liquid layer is increased, the molten droplets can be more rapidly separated or released from the

vapor of the cooling liquid produced therearound so as to be free from contaminants more effectively.

The present invention is useful for the production of metal powders for use as powdery materials for powder metallurgy, hot isostatic pressing, hot forging, hot extrusion, etc., as compounding powders for synthetic resins, rubbers, metals, etc. and as magnetic powders for electromagnetic clutches or brakes.

#### Claims

1. A method of producing a metal powder, said method comprising the following steps:

supplying a cooling liquid into a cooling vessel (1) having an inner peripheral surface to form a cooling liquid layer (9) on the inner peripheral surface of the cooling vessel (1),  
supplying a molten metal (25) to a space (23) surrounded by the cooling liquid layer (9),  
applying a gas jet (26) to the molten metal (25) to divide the molten metal (25) and  
cooling the divided molten metal (25) in the cooling liquid layer (9),  
**characterized in that**  
the cooling vessel (1) is fixed so as to allow the cooling liquid layer (9) to be formed by injecting a cooling liquid tangentially along the inner peripheral surface of the cooling vessel (1) and to flow down while swirling along the inner peripheral surface of the cooling vessel (1).

2. A method of producing a metal powder according to claim 1, wherein the cooling vessel (1) is a tubular body.
3. A method of producing a metal powder according to claim 1 or 2, wherein the gas jet (26) is directed toward the cooling liquid layer (9) for supplying the divided molten metal (25) to the cooling liquid layer (9).
4. A method of producing a metal powder according to anyone of claims 1 to 3, wherein the cooling liquid layer (9) moves toward a cooling liquid discharge end of the cooling vessel (1) from which the cooling liquid containing a metal powder solidified in the liquid layer (9) is discharged to the outside.
5. A method of producing a metal powder according to claim 4, wherein the cooling liquid containing the metal powder solidified in the liquid layer (9) is discharged to the outside through a discharge pipe (33) attached to a closure (31) provided at the discharge end of the cooling vessel (1) while filling the pipe (33) with the cooling liquid.
6. A method of producing a metal powder according to

anyone of claims 1 to 5, wherein water is used as the cooling liquid, and the gas jet (26) is formed by an inert gas.

7. A method of producing a metal powder according to anyone of claims 1 to 5, wherein the cooling vessel (1) is in the form of a hollow cylinder.

8. A method of producing a metal powder according to anyone of claims 1 to 5, wherein the molten metal (25) is supplied by gravity.

9. A method of producing a metal powder according to anyone of claims 1 to 5, wherein the metal powder discharged along with the cooling liquid is continuously drained of the liquid and subsequently dried continuously.

10. An apparatus for producing a metal powder, said apparatus comprising:

a cooling vessel (1) having an inner peripheral surface for forming a cooling liquid layer (9) on the inner peripheral surface of the cooling vessel (1),  
a molten metal supply means (15) for supplying a molten metal (25) into a space (23) surrounded by the cooling liquid layer (9) and  
a gas jet injection means (27) for producing a gas jet (26) for dividing the molten metal (25) and supplying the divided molten metal (25) to the cooling liquid layer (9),  
**characterized in that**  
the cooling vessel (1) is fixed so as to allow a cooling liquid injection channel (5) for injecting the cooling liquid tangentially along the inner peripheral surface of the cooling vessel (1) to form the cooling liquid layer (9) which flows down while swirling along the inner peripheral surface of the cooling vessel (1).

11. An apparatus for producing a metal powder according to claim 10, wherein the cooling vessel (1) is a tubular body.

12. An apparatus for producing a metal powder according to claim 10 or 11, comprising a cooling liquid supply means (7) for supplying the cooling liquid to the cooling liquid injection channel (5).

13. An apparatus for producing a metal powder according to anyone of claims 10 to 12, wherein the cooling liquid moves toward a cooling liquid discharge end of the cooling vessel.

14. An apparatus for producing a metal powder according to claim 13, wherein the cooling vessel (1) has a closure (31) attached to its cooling liquid discharge



end, and a discharge pipe (33) attached to the closure (31) for discharging the cooling liquid there-through with the pipe (33) filled with the cooling liquid.

15. An apparatus for producing a metal powder according to anyone of claims 10 to 14, wherein the cooling vessel (1) is in the form of a hollow cylinder.
16. An apparatus for producing a metal powder according to claim 15, wherein a ring (10) for adjusting the thickness of the cooling liquid layer (9) is attached to the inner peripheral surface of the cooling vessel (1).
17. An apparatus for producing a metal powder according to claim 16, wherein a plurality of rings (10, 10A) for adjusting the thickness of the layer (9) are provided.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers, wobei das Verfahren die folgenden Schritte aufweist:

Zuführen einer Kühlflüssigkeit in einen einen Innenumfangsoberfläche aufweisenden Kühlkessel (1), um an der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels (1) eine Kühlflüssigkeitsschicht (9) zu bilden,  
Zuführen eines geschmolzenen Metalls (25) in einen von der Kühlflüssigkeitsschicht (9) umgebenen Raum (23),  
Auftragen eines Gasstrahles (26) auf das geschmolzene Metall (25), um das geschmolzene Metall (25) zu teilen, und  
Kühlen des geteilten geschmolzenen Metalls (25) in der Kühlflüssigkeitsschicht (9),  
dadurch gekennzeichnet, daß  
der Kühlkessel (1) befestigt ist, so daß sich die Kühlflüssigkeitsschicht (9) dadurch ausbilden kann, daß tangential entlang der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels (1) eine Kühlflüssigkeit eingespritzt wird und diese entlang der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels (1) wirbelnd abströmen kann.

2. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 1, wobei der Kühlkessel (1) ein rohrartiger Körper ist.
3. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Gasstrahl (26) zur Zuführung des geteilten geschmolzenen Metalls (25) zu der Kühlflüssigkeitsschicht (9) auf die Kühlflüssigkeitsschicht (9) gerichtet ist.

4. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Kühlflüssigkeitsschicht (9) sich in Richtung auf ein Kühlflüssigkeitsauslaßende des Kühlkessels (1) bewegt, von dem die Kühlflüssigkeit, die ein in der Flüssigkeitsschicht (9) verfestigtes Metallpulver enthält, zu der Außenseite ausgelassen wird.

5. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 4, wobei die Kühlflüssigkeit, die das in der Flüssigkeitsschicht (9) verfestigte Metallpulver enthält, durch ein Auslaßrohr (33) zu der Außenseite ausgelassen wird, das an einem an dem Auslaßende des Kühlkessels (1) vorgesehenen Verschuß (31) angebracht ist, während das Rohr (33) mit der Kühlflüssigkeit gefüllt ist.

6. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei als die Kühlflüssigkeit Wasser verwendet wird und der Gasstrahl (26) mittels eines Inertgases gebildet wird.

7. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Kühlkessel (1) die Form eines Hohlzylinders hat.

8. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das geschmolzene Metall durch Schwerkraft zugeführt wird.

9. Verfahren zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das zusammen mit der Kühlflüssigkeit ausgelassene Metallpulver kontinuierlich von der Flüssigkeit drainiert wird und anschließend kontinuierlich getrocknet wird.

10. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers, wobei die Vorrichtung aufweist:

einen Kühlkessel (1) mit einer Innenumfangsoberfläche zur Ausbildung einer Kühlflüssigkeitsschicht (9) an der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels (1),  
einer Zufuhreinrichtung (15) für geschmolzenes Metall zum Zuführen eines geschmolzenen Metalls (25) in einen von der Kühlflüssigkeitsschicht (9) umgebenen Raum (23) und  
eine Gasstrahleinspritzeinrichtung (27) zum Erzeugen eines Gasstrahls (26) zum Teilen des geschmolzenen Metalls (25) und zum Zuführen des geteilten geschmolzenen Metalls (25) zu der Kühlflüssigkeitsschicht (9),  
dadurch gekennzeichnet, daß  
der Kühlkessel (1) befestigt ist, so daß ein Kühlflüssigkeitseinspritzkanal (5) zum tangentialen Einspritzen der Kühlflüssigkeit entlang der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels

(1) die entlang der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels (1) wirbelnd abströmende Kühflüssigkeitsschicht (9) ausbilden kann.

11. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 10, wobei der Kühlkessel (1) ein rohrartiger Körper ist. 5
12. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 10 oder 11, mit einer Kühflüssigkeitszufuhreinrichtung (7) zum Zuführen der Kühflüssigkeit zu dem Kühflüssigkeitseinspritzkanal (5). 10
13. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 10 bis 12, wobei die Kühflüssigkeit sich in Richtung auf das Kühflüssigkeitsauslaßende des Kühlkessels bewegt. 15
14. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 13, wobei der Kühlkessel (1) einen an seinem Kühflüssigkeitsauslaßende angebrachten Verschuß (31) und ein Auslaßrohr (33) hat, das zwar zum Auslassen der Kühflüssigkeit durch den Verschuß (31) an demselben angebracht ist, wobei das Rohr (33) mit der Kühflüssigkeit gefüllt ist. 20
15. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach einem der Ansprüche 10 bis 14, wobei der Kühlkessel (1) die Form eines Hohlzylinders hat. 25
16. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 15, wobei ein Ring (10) zum Einstellen der Dicke der Kühflüssigkeitsschicht (9) an der Innenumfangsoberfläche des Kühlkessels (1) angebracht ist. 30
17. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers nach Anspruch 16, wobei eine Vielzahl von Ringen (10, 10A) zum Einstellen der Dicke der Schicht (9) vorgesehen ist. 35

#### Revendications

1. Procédé de fabrication de poudre métallique, ledit procédé comprenant les phases suivantes consistant à : 45
  - distribuer un liquide de refroidissement dans un récipient de refroidissement (1) comportant une surface périphérique interne pour former une couche de liquide de refroidissement (9) sur la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1), 50
  - distribuer un métal fondu (25) dans un espace (23) entouré par la couche de liquide de refroidissement (9), 55
  - appliquer un jet de gaz (26) sur le métal fondu

(25) pour diviser le métal fondu (25) et refroidir le métal fondu divisé (25) dans la couche de liquide de refroidissement (9).

caractérisé en ce que

le récipient de refroidissement (1) est fixé de manière à permettre à la couche de liquide de refroidissement (9) d'être formée en injectant un liquide de refroidissement tangentiellement le long de la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1) et de s'écouler tout en tourbillonnant le long de la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1).

2. Procédé de fabrication de poudre métallique selon la revendication 1, dans lequel le récipient de refroidissement (1) est un corps tubulaire.
3. Procédé de fabrication de poudre métallique selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le jet de gaz (26) est dirigé vers la couche de liquide de refroidissement (9) pour distribuer le métal fondu divisé (25) jusqu'à la couche de liquide de refroidissement (9).
4. Procédé de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la couche de liquide de refroidissement (9) se déplace vers une extrémité de décharge de liquide de refroidissement du récipient de refroidissement (1) depuis laquelle le liquide de refroidissement renfermant une poudre métallique solidifiée dans la couche de liquide (9) est déchargé jusqu'à l'extérieur.
5. Procédé de fabrication de poudre métallique selon la revendication 4, dans lequel le liquide de refroidissement renfermant la poudre métallique solidifiée dans la couche de liquide (9) est déchargé jusqu'à l'extérieur via un tuyau de décharge (33) fixé à une fermeture (31) située à l'extrémité de décharge du récipient de refroidissement (1) tandis que le tuyau (33) est rempli du liquide de refroidissement.
6. Procédé de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel de l'eau est utilisée comme liquide de refroidissement, et le jet de gaz (26) est formé par un gaz inerte.
7. Procédé de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le récipient de refroidissement (1) se présente sous la forme d'un cylindre creux.
8. Procédé de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le métal fondu (25) est distribué par gravité.

9. Procédé de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel la poudre métallique déchargée avec le liquide de refroidissement est mise à égoutter du liquide en continu et est ensuite mise à sécher en continu. 5
10. Appareil de fabrication de poudre métallique, ledit appareil comprenant :
- un récipient de refroidissement (1) comportant une surface périphérique interne pour former une couche de liquide de refroidissement (9) sur la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1), 10
  - un moyen de distribution de métal fondu (15) pour distribuer un métal fondu (25) dans un espace (23) entouré par la couche de liquide de refroidissement (9) et 15
  - un moyen d'injection de jet de gaz (27) pour produire un jet de gaz (26) pour diviser le métal fondu (25) et distribuer le métal fondu divisé (25) jusqu'à la couche de liquide de refroidissement (9), 20
- caractérisé en ce que 25
- le récipient de refroidissement (1) est fixé de manière à permettre un canal d'injection de liquide de refroidissement (5) pour injecter le liquide de refroidissement tangentiellement le long de la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1) pour former la couche de liquide de refroidissement (9) qui s'écoule tout en tourbillonnant le long de la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1). 30 35
11. Appareil de fabrication de poudre métallique selon la revendication 10, dans lequel le récipient de refroidissement (1) est un corps tubulaire. 40
12. Appareil de fabrication de poudre métallique selon la revendication 10 ou 11, comprenant un moyen de distribution de liquide de refroidissement (7) pour distribuer le liquide de refroidissement jusqu'au canal d'injection de liquide de refroidissement (5). 45
13. Appareil de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, dans lequel le liquide de refroidissement se déplace vers une extrémité de décharge de liquide de refroidissement du récipient de refroidissement. 50
14. Appareil de fabrication de poudre métallique selon la revendication 13, dans lequel le récipient de refroidissement (1) comporte une fermeture (31) fixée à son extrémité de décharge de liquide de refroidissement, et un tuyau de décharge (33) fixé à la fermeture (31) pour décharger le liquide de refroidissement en son sein avec le tuyau (33) rempli du liquide de refroidissement. 55
15. Appareil de fabrication de poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 10 à 14, dans lequel le récipient de refroidissement (1) se présente sous la forme d'un cylindre creux.
16. Appareil de fabrication de poudre métallique selon la revendication 15, dans lequel un anneau (10) pour régler l'épaisseur de la couche de liquide de refroidissement (9) est fixé à la surface périphérique interne du récipient de refroidissement (1).
17. Appareil de fabrication de poudre métallique selon la revendication 16, dans lequel une pluralité d'anneaux (10, 10A) pour régler l'épaisseur de la couche (9) est prévue.

FIG. 1

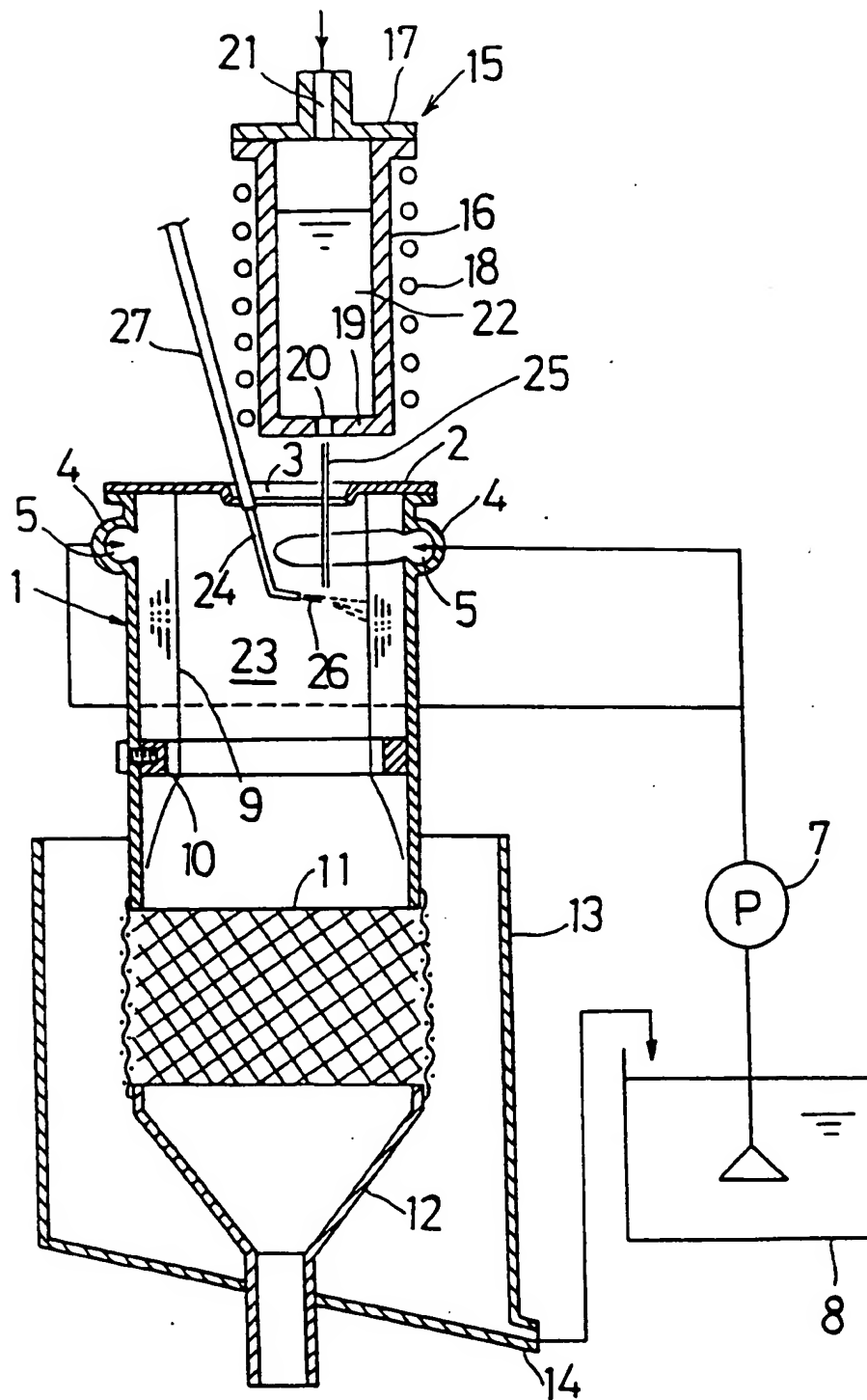


FIG. 2

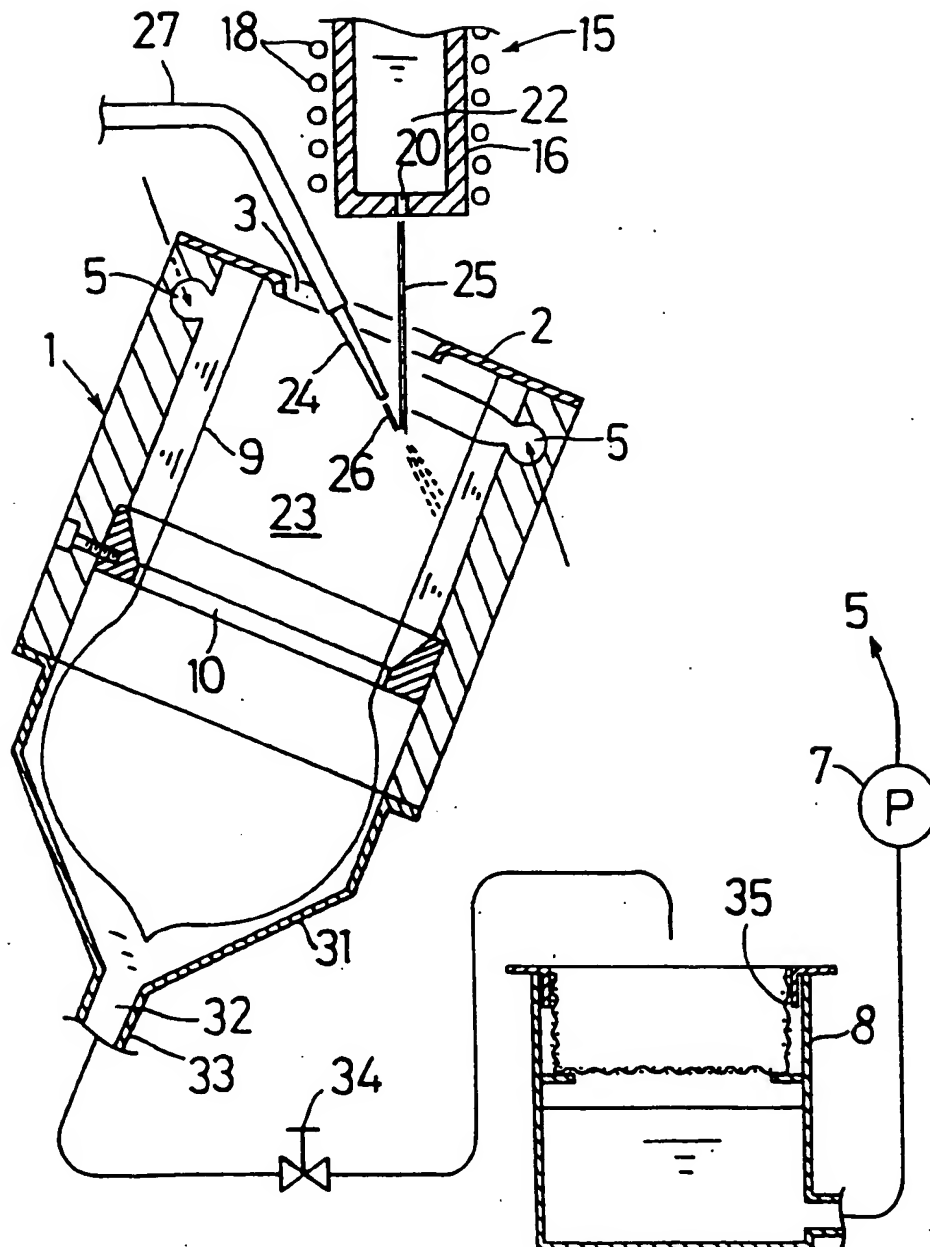


FIG. 3

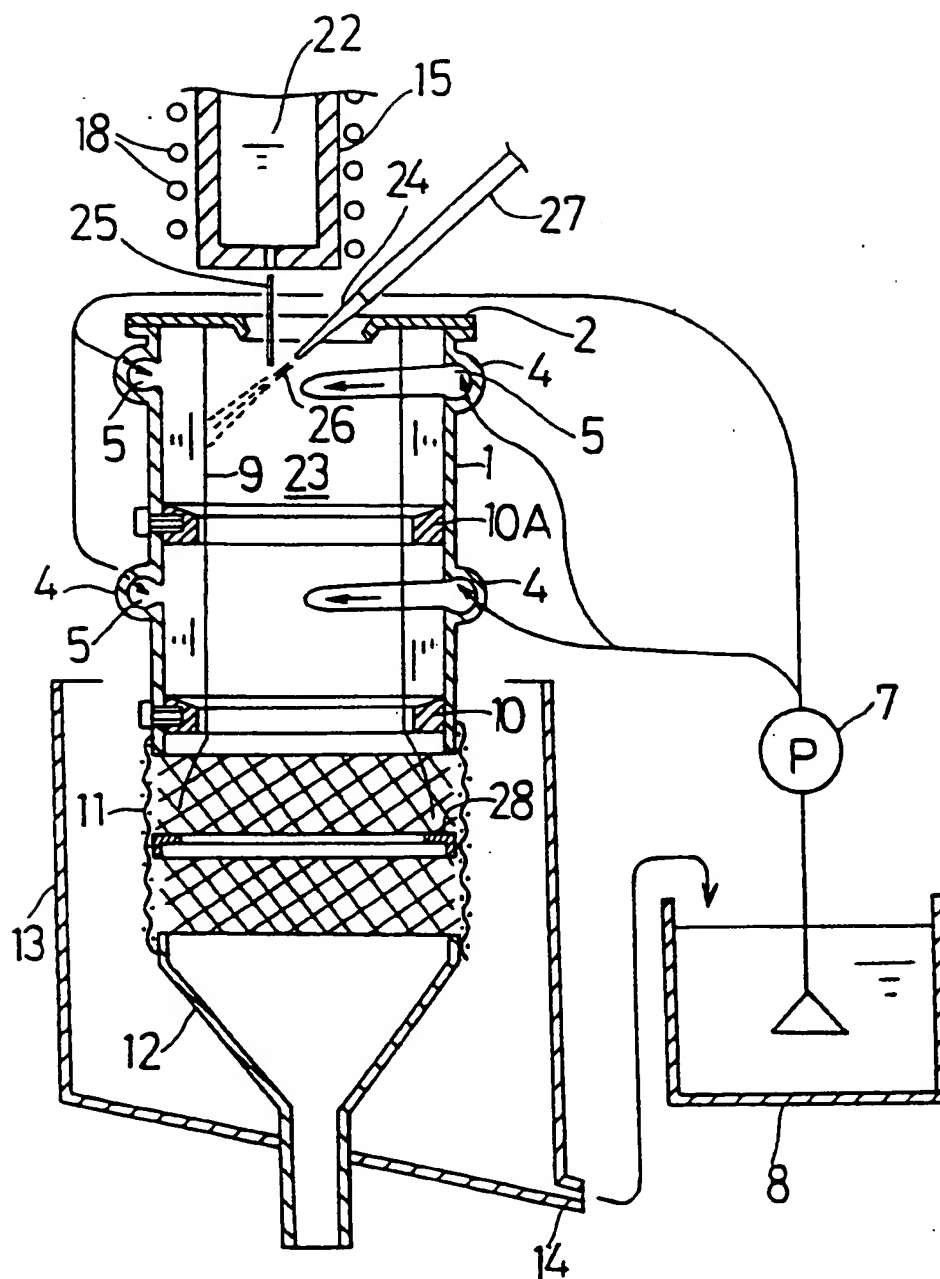




FIG. 4

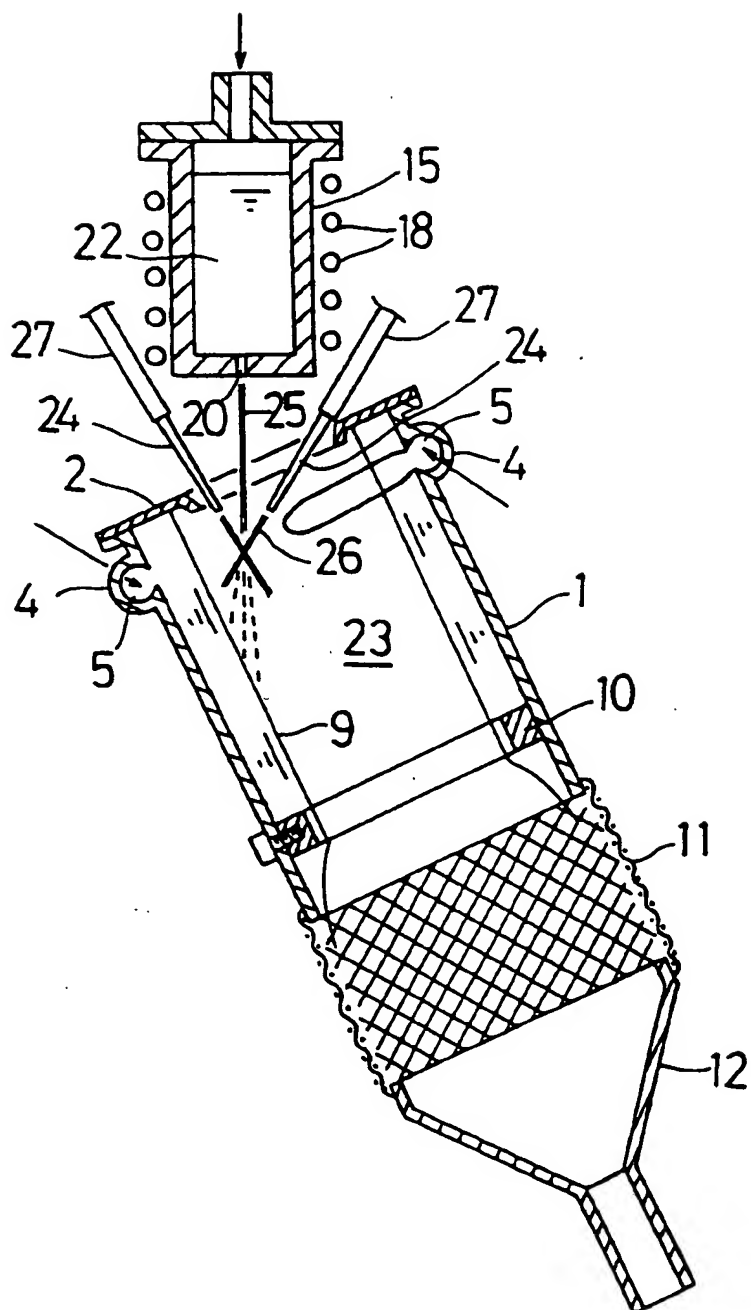


FIG. 5

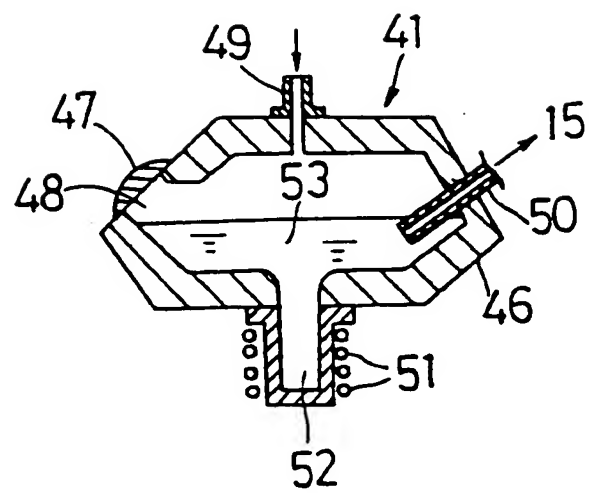


FIG. 6

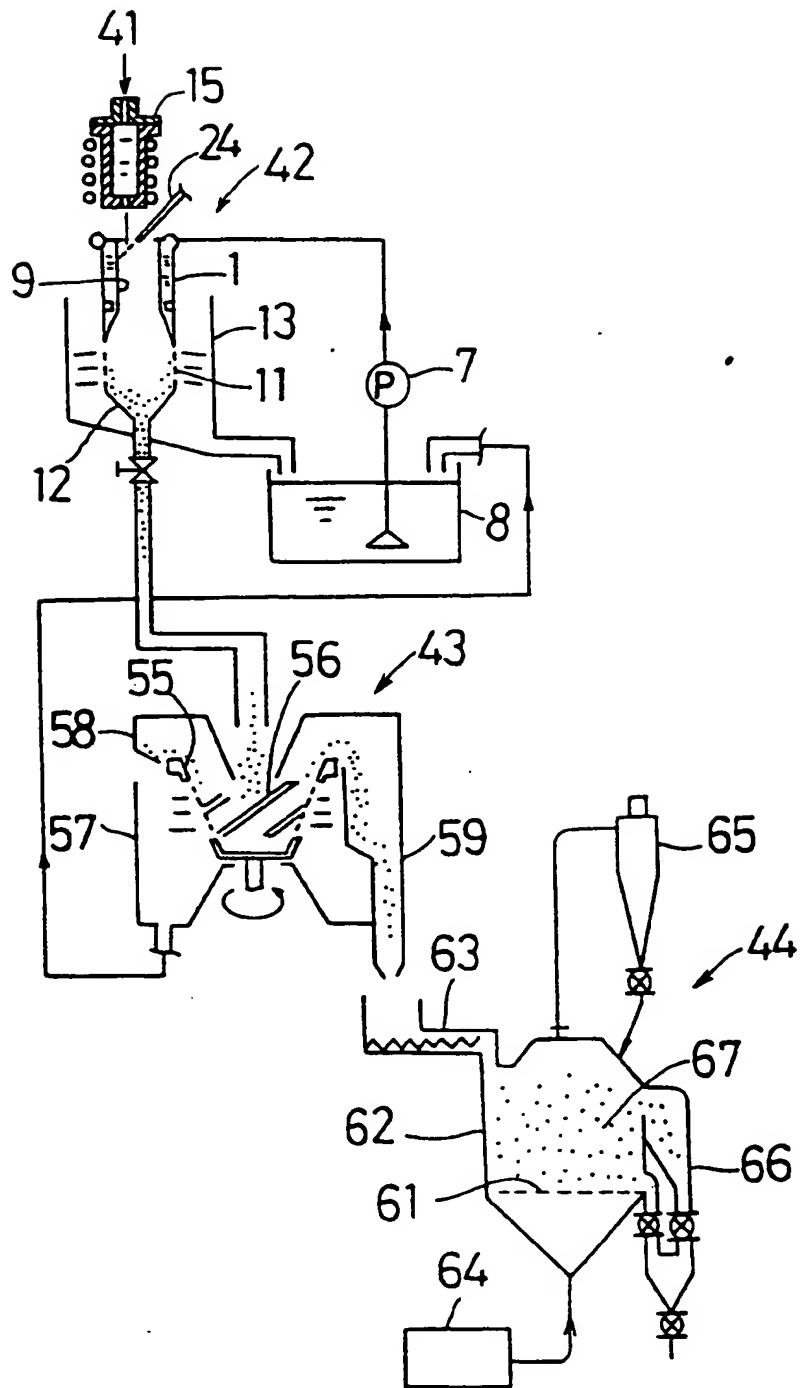


FIG. 7

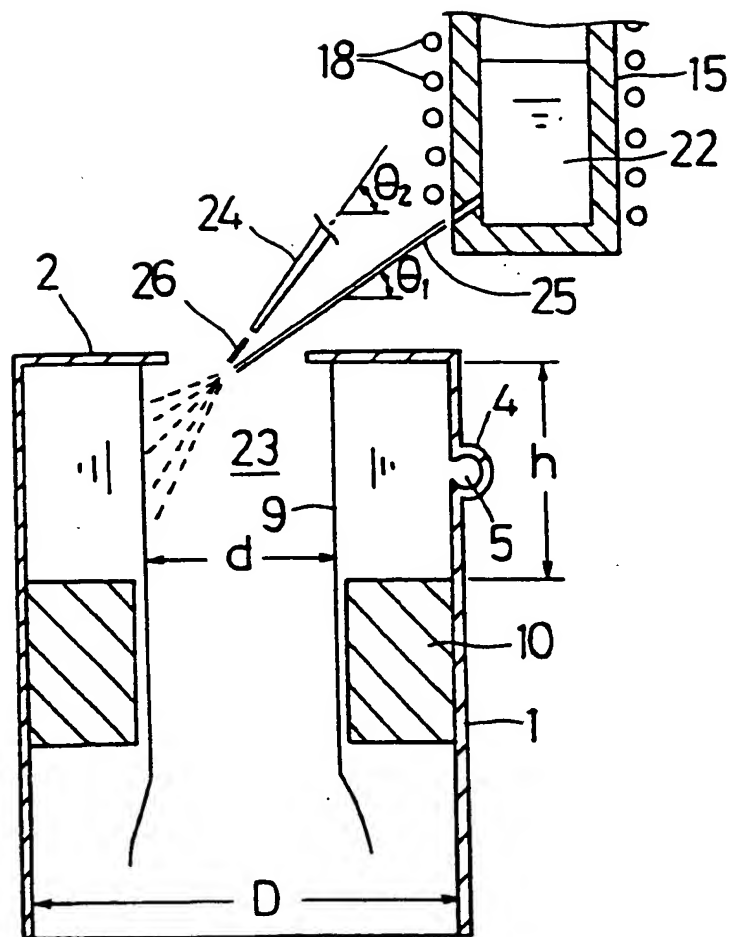


FIG. 8

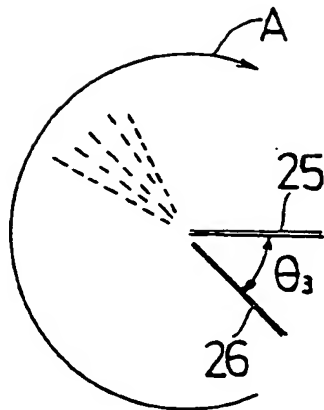


FIG. 9

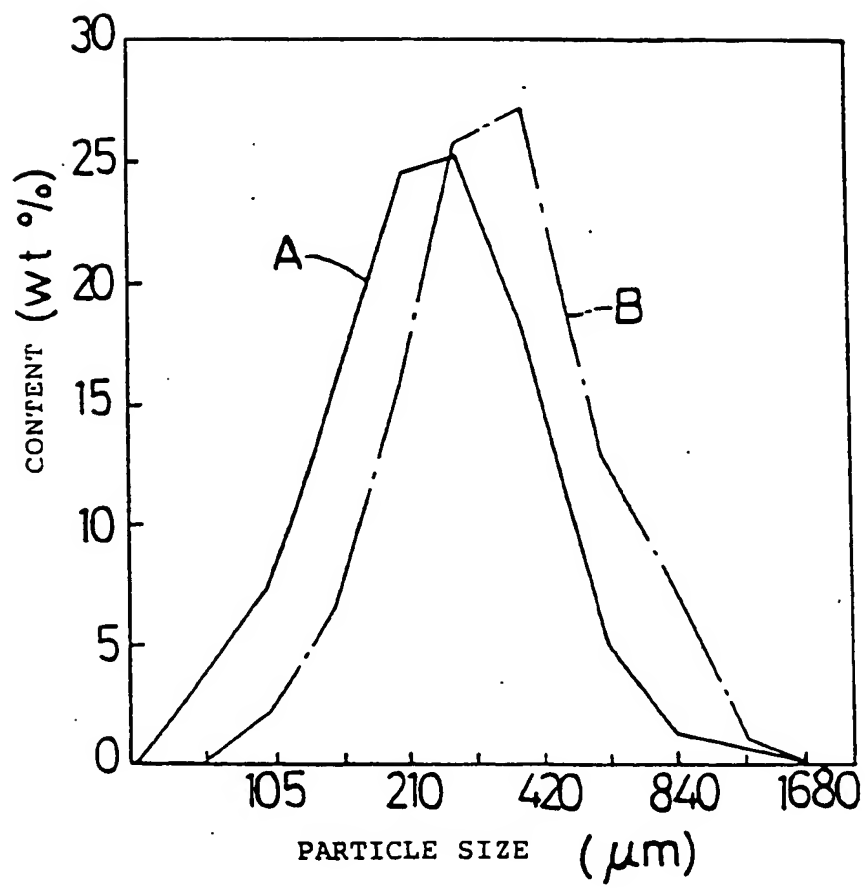
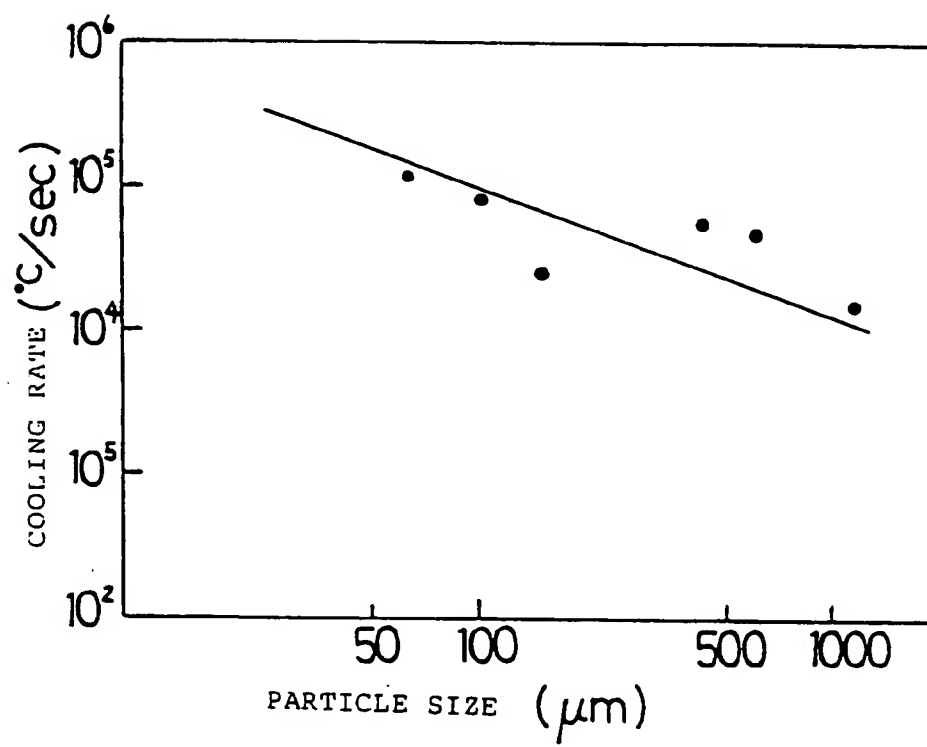


FIG. 10





(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

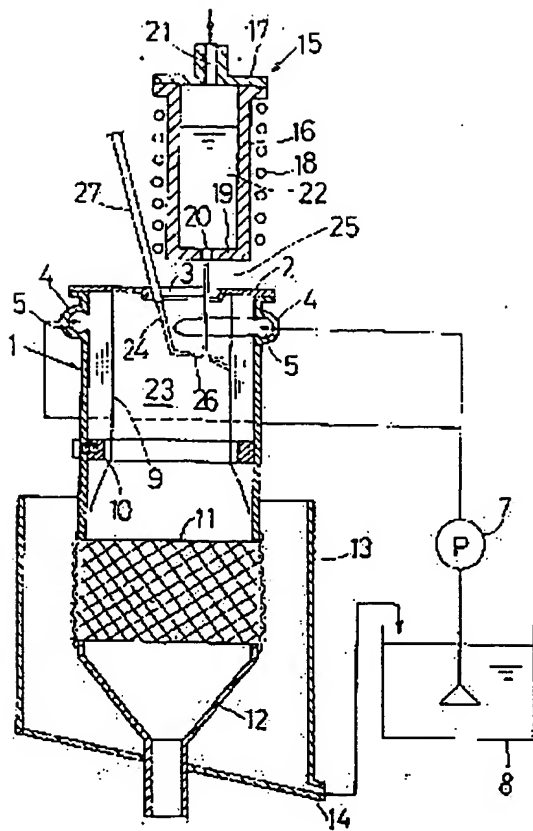
(51) Int. Cl. <sup>°</sup> B22F 9/08 B22F 9/10		(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	1999년 02월 18일 특0174749 1998년 11월 06일
(21) 출원번호	특1993-700241	(65) 공개번호	특1993-701253
(22) 출원일자	1993년 01월 27일	(43) 공개일자	1993년 06월 11일
변역문 제출일자	1993년 01월 27일		
(86) 국제출원번호	PCT/JP 92/00710	(87) 국제공개번호	WO 92/21462
(86) 국제출원일자	1992년 06월 01일	(87) 국제공개일자	1992년 12월 10일
(81) 지정국	EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 리히텐슈타인 독일 덴마크 스페인 프랑스 영국 이탈리아 룩셈부르크 네덜란드 스웨덴 그리스 국내특허 : 오스트레일리아 캐나다 대한민국 미국		
(30) 우선권주장	91-134349 1991년 06월 05일 일본(JP) 91-236414 1991년 09월 17일 일본(JP)		
(73) 특허권자	가부시끼가이샤 구보타 미노 시게가즈 일본국 556 오오사카후 오오사카시 나니와구 시끼즈히가시 1쵸오메 2반 47고 오		
(72) 발명자	잇시끼 나오후루 일본국 156 도오교오도 세타가야구 교오도 2-29-6 이자끼 히로시 일본국 551 오오사카후 오오사카시 다이쇼오구 미나미오카지마 7쵸오메 1반 22고오 가부시끼가이샤 구보타 오카지마고오쵸오내 도쿠나가 요시미즈 일본국 551 오오사카후 오오사카시 다이쇼오구 미나미오카지마 7쵸오메 1반 22고오 가부시끼가이샤 구보타 오카지마고오쵸오내 요시노 쇼이찌 일본국 551 오오사카후 오오사카시 다이쇼오구 미나미오카지마 7쵸오메 1반 22고오 가부시끼가이샤 구보타 오카지마고오쵸오내 요시노 마사노리 일본국 551 오오사카후 오오사카시 다이쇼오구 미나미오카지마 7쵸오메 1반 22고오 가부시끼가이샤 구보타 오카지마고오쵸오내 아오끼 도시유키 일본국 551 오오사카후 오오사카시 다이쇼오구 미나미오카지마 7쵸오메 1반 22고오 가부시끼가이샤 구보타 오카지마고오쵸오내		
(74) 대리인	장용식		

심사관 : 소현영

(54) 금속분말 제조방법 및 제조장치

요약

냉각속도에 변동이 생기기 어렵고, 큰 냉각속도로 급냉응고 시킬 수 있고, 또 미분말이 용이하게 만들어지는 금속분말의 제조방법 및 그 제조장치를 제공한다. 냉각용 통체(1)의 내주면을 따라서 냉각액을 분출공급하고, 이 통체(1)의 냉각액배출 단쪽으로 통체 내주면을 따라서 전회하면서 이동하는 냉각액층(9)을 형성하고, 이 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)에 용융금속(25)을 공급하고, 이 용융금속(25)에 냉각액층(9)을 지향하는 가스제트(26)를 뿜어 붙여서 분단하는 것과 동시에 분단된 용융금속을 냉각액층(9)에 공급하고, 냉각액층(9) 중에서 응고된 금속분말을 포함하는 냉각액을 통체(1)의 냉각액 배출단으로부터 외부로 배출한다.



### 본 발명

#### [발명의 명칭]

금속분말 제조방법 및 제조장치

#### [도면의 간단한 설명]

제1도는 실시예에 관한 금속분말 제조장치의 주요부 단면도.

제2도는 다른 실시예에 관한 동장치의 주요부 단면도.

제3도는 제3의 실시예에 관한 동장치의 주요부 단면도.

제4도는 제4의 실시예에 관한 동장치의 주요부 단면도.

제5도는 연속주탕장치의 단면 설명도.

제6도는 금속분말 연속생산설비의 전체배치도.

제7도는 본발명의 제조실시예에 제공된 금속분말 제조장치의 주요부 단면도.

제8도는 제조실시예에 있어서 세류상 용융금속과 가스제트와의 평면적 위치 관계도.

제9도는 제조실시예 및 제조비교예에 의하여 제조된 금속분말의 입도분포를 도시하는 그래프도.

제10도는 본 발명의 제조실시예에 의하여 제조된 금속분말의 입경과 냉각속도와의 관계를 도시하는 그래프도이다.

#### + 도면에 주요부분에 대한 부호의 설명

1 : 냉각용 통체

4 : 냉각액 분출관

5 : 냉각액 분출유로

7 : 펌프(냉각액 공급수단)

9 : 냉각액층

15 : 도가니(용융금속공급수단)

23 : 공간부

24 : 제트노즐(가스제트분출수단)

## [발명의 상세한 설명]

## [기술분야]

본 발명은 용융금속을 선화 이동하는 냉각액층중에 공급하여 금속분말을 제조하는 방법 및 그 장치에 관한 것이다.

## [배경기술]

금냉용고 금속분말은 결정립이 미세하고 합금원소도 과포화로 함유시킬 수 있으므로 금냉용고 분말에 의하여 형성된 압출재나 소결체는 용체재료는 구비할 수 없는 우수한 재료특성을 가지며, 기계부품 등의 소재로서 주목되고 있다.

상기 금냉용고 금속분말의 제조방법으로서 일본 특공평 1-49769호 공보에 개시되어 있는 바와 같이 회전 드럼법이 있다. 이 방법은 냉각액이 틀어 있는 바둑이 있는 냉각드럼을 회전시켜 그 내주면에 냉각액층을 원심력을 작용으로 형성하고, 그 냉각액층에 용융금속을 분출시키고 이것을 선화하는 냉각액층에 의하여 분단(分斷)시켜서 금냉용고된 금속분말을 얻는 방법이다.

한편 미국특허 제 4,787,935호, 제 4,869,469호에는 용융금속류를 가스 아토마이징한 후, 아토마이징된 구형의 용적(溶滴)을 냉각용 통체내에서 선화하면서 흘러내려오는 냉각가스의 소용돌이 흐름에 공급하여, 냉각 용고시키는 금속분말의 제조방법 및 그 장치가 개시되어 있다.

상기 회전드럼법에 의하면 소위 배치식 조업으로 되고, 생산성이 뒤떨어진다는 문제가 있다. 또 냉각드럼의 회전수에는 한도가 있기 때문에 냉각액층의 유속을 크게 하는 것이 곤란하여 미분말을 얻을 수 없다는 문제가 있다.

한편, 상기 미국 특허의 제조방법에 의하면 입경 0.1 $\mu$ m의 미분말로부터 1000 $\mu$ m정도의 조분말(粗粉末)까지 연속적으로 제조할 수가 있다. 그러나 이 제조방법에서는 냉각속도를  $10^2 \sim 10^3$ °C/sec 정도밖에 얻을 수 없고 급냉작용이 불충분하다. 또 냉각가스의 소용돌이 흐름의 중심부의 용적은 선화운동을 행하기 어렵고 냉각속도가 저하되기 때문에 제조분말의 품질에 변동이 생기기 쉽다는 문제가 있다. 또 냉각용 통체내에 용적의 냉각에 알맞는 냉각가스의 소용돌이 흐름을 형성하려면 냉각용 통체를 상당히 크게 하지 않으면 안되고, 설치장소, 설비 코스트의 면에서 쉽게 실시하기 어렵다는 문제가 있다.

본 발명은 이와 같은 문제를 감안하여 이루어진 것으로, 냉각속도에 변동이 생기기 어렵고 큰 냉각속도로 금냉용고시킬 수 있으며, 또 미분말이 용이하게 얻어지는 금속분말의 제조방법 및 그 방법을 실시하기 위한 적당한 제조장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

## [발명의 개시]

본 발명의 금속분말의 제조방법은 냉각용 통체의 내주면을 따라 냉각액을 분출공급하고, 이 통체의 냉각액 배출단측으로 통체 내부면을 따라서 선화하면서 이동하는 냉각액층을 형성하고; 이 냉각액층의 내측의 공간부에 용융 금속을 공급하고; 이 용융금속에 냉각액층을 향하는 가스제트를 뿜어서 분단시킴과 동시에 분단된 용융금속을 냉각액층에 공급하고; 냉각액층중에서 용고된 금속분말을 포함하는 냉각액을 통체의 냉각액 배출단으로부터 외부로 배출한다. 금속분말을 포함하는 냉각액의 외부로의 배출에 있어서는, 이 냉각액을 통체의 냉각액 배출단에 설치된 폐색용 두껍에 구비된 배출관으로부터 그 관내를 채우면서 외부로 배출하는 것이 좋다.

또 본 발명의 제조장치는 내주면을 따라 냉각액을 분출공급하기 위하여 냉각액 분출유로가 설치된 냉각용 통체와; 상기 냉각액 분출유로로부터 분출된 냉각액이 상기 통체의 내주면을 따라 선화하면서 통체의 냉각액 배출단측으로 이동하도록 형성된 냉각액층의 내측의 공간부에 용융금속을 공급하기 위한 용융금속 공급수단과; 이 용융금속을 분단시킴과 동시에 분단된 용융금속을 냉각액층으로 공급하기 위하여 가스제트를 분출하기 위한 가스제트 분출수단과; 상기 냉각액 분출유로에 냉각액을 공급하기 위한 냉각액 공급수단을 구비하고 있다. 상기 냉각용 통체에는 냉각액 배출단에 폐색용 두껍을 설치하고 그 두껍에 냉각액을 관내에 채운 상태에서 이것을 배출하기 위한 배출관을 설치하여 두는 것이 좋다.

본 발명에 의하면 냉각용 통체의 내주면을 따라 냉각액 분출유로로부터 분출공급된 냉각액은 통체의 내주면을 따라 선화하면서 통체의 냉각액 배출단 개구(開口)를 향하여 이동한다. 이 경우 선화시의 원심력을 작용으로 거의 일정 내경의 냉각액층이 통체 내주면에 형성된다. 이 냉각액층은 항상 새롭게 공급되는 냉각액에 의하여 형성되기 때문에 용이하게 일정한 온도로 유지된다. 또 냉각매체는 액체이므로 가스에 비하여 냉각능이 우수하다. 이 때문에, 냉각액층으로서는 선화반경이 작고, 또 층두께가 얇은 것으로 충분하고, 따라서 이것을 형성하는 냉각용 통체도 콤팩트하게 된다.

용융금속 공급수단으로부터 상기 냉각액층의 내측의 공간부에 공급된 용융금속은 가스 제트 분출수단으로부터 냉각액층을 향하여 분출된 가스제트에 의해 분단된다. 분단된 용융금속(용적(溶滴))은 냉각액층을 향하여 비산되고 모든 용적이 냉각액층 내에 확실하게 주입공급된다. 냉각액층내에 주입된 용적은 그 주위에 냉각액의 증기를 발생시키지만, 이 증기는 용적의 주위로부터 속히 이탈한다. 그 이유는, 냉각액층에 있어서 유속의 분포는 선화중심속으로 갈수록 증대하는 경사속도분포로 되어 있기 때문에, 냉각액층내에 주입된 용적이 회전운동을 하기 때문이다. 따라서 용적의 외주면은 냉각액에 항상 접하도록 되기 때문에, 용적은 높은 냉각속도로 냉각됨과 동시에 증기에 의한 분말입자 표면의 오염도 방지된다. 또, 가스제트의 유속, 유량을 제어함으로써, 분단된 용적의 크기를 용이하게 조정할 수 있기 때문에 소기의 금냉용고 미분말을 용이하게 얻을 수가 있다. 그리고 냉각액층의 온도, 표면상태가 일정하고 안정하기 때문에 용적의 냉각조건이 일정하게 되고 분말의 품질도 안정된다.

냉각액층은 연속적으로 형성되기 때문에 용융금속을 연속적으로 공급하고 가스제트를 연속적으로 내뿜어

서 응고된 금속분말은 냉각액과 같이 냉각용 통체의 냉각액 배출단개구로부터 연속적으로 배출된다.

금속분말을 포함하는 냉각액의 배출에 있어서는 그 냉각액을 냉각용 통체의 냉각액 배출단 개구에 폐색용 뚜껑을 설치하여 놓고, 상기 냉각액을 폐색용 뚜껑에 구비된 배출관으로부터 그 관내에 채우면서 외부로 배출하면 된다. 이 방법에 의하면 냉각액층의 내측의 공간부에 가스제트를 형성하는 가스를 용이하게 채울 수 있다. 이 가스로서, 적당한 비활성가스나 환원성가스 등의 비산화성가스를 사용함으로써 용적의 산화를 방지할 수가 있다.

#### [발명을 실시하기 위한 최량의 형태]

제1도는 실시예에 관한 금속분말 제조장치를 도시하고 있고, 내주면에 냉각액층(9)을 형성하기 위한 냉각용통체(1)와, 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)에 용융금속(25)을 흘러내려서 공급하기 위한 용융금속 공급수단인 도가니(15)와, 상기 통체(1)에 냉각액을 공급하기 위한 수단인 펌프(7)와, 흘러내려온 세류(細流)상의 용융금속(25)을 용적으로 분단시킴과 동시에 냉각액층(9)에 공급하기 위하여 가스제트(26)을 분출하는 가스제트 분출수단인 제트노즐(24)을 구비하고 있다.

상기 통체(1)는 원통형상이고, 통체축심이 연직방향으로 설치되어 있으며, 그 상단 개구에는 환상뚜껑(2)이 부착되어 있고, 그 뚜껑(2)의 중심부에는 용융금속을 냉각용 통체(1)의 내부에 공급하기 위한 개구부(開口部;3)가 형성되어 있다. 또 냉각용 통체(1)의 상부에는 냉각액 분출유로(5)를 갖는 냉각액 분출관(4)이 물레방아형 등간격으로 복수개 형성되어 있고, 그 유로(5)의 출구(토출구)는 통체(1) 내주면을 따라 접선 방향으로부터 냉각액을 분출공급할 수 있도록 개구되어 있다. 상기 유로(5)의 개구부에 있어서 중심선은 통체축심과 직교하는 평면에 대하여 0~20℃정도 비스듬히 하방으로 설정되어 있다. 그리고 냉각액 분출관(4)은 펌프(7)를 통하여 탱크(8)에 배관접속되어 있고, 탱크(8) 내의 냉각액을 펌프(7)에 의하여 위로 빨아들여서 그 분출관(4)의 냉각액 분출유로(5)로부터 냉각용 통체(1) 내주면측에 분출공급함으로써 냉각용 통체(1)의 내주면에 그 내주면을 따라 선화하면서 흘러내려오는 냉각액층(9)이 형성된다. 탱크(8)에는 도시되지 않은 보급용 냉각액 공급관이 설치되어 있고, 또 탱크(8)내, 혹은 냉각액의 순환유로의 도중에 냉각기를 적절하게 개재시켜도 좋다. 냉각액으로서의 일반적으로 물이 사용되며, 이는 냉각능력이 우수하고, 비용이 저렴하기 때문이다. 물 외에 가열된 금속을 급냉처리에 사용되는 오일등의 액체가 사용되는 경우도 있다. 물을 사용하는 경우, 수증기의 응축산소를 제거한 것을 사용하는 것이 바람직하다. 산소의 제거처리장치는 시판되고 있으며 입수가 용이하다.

냉각용 통체(1)의 내주면 하부에는, 볼트에 의하여 자유롭게 붙이고 떼고, 교환 할 수 있도록 냉각액층(9)의 총두께를 조정하기 위한 총두께 조정용 링(10)이 부착되고, 이 링(10)에 의하여 냉각액이 흘러내리는 속도가 억제되어 대략 일정한 내경의 냉각액층(9)이 적은 유량으로 용이하게 형성된다. 통체(1)의 냉각액 배출단인 하단개구에는 원통상의 액가름용 망체(11)가 연이어 설치되어 있고, 이 망체(11)의 하측에는 갈매기 모양의 분말회수 용기(12)가 부착되어 있다. 상기 망체(11)의 주위에는 그 망체(11)를 덮도록 냉각액 회수커버(13)가 설치되어 있으며, 이 회수커버(13)의 바닥부분에는 배액구(14)가 형성되어 있고 그 배액구(15)는 배관을 통하여 탱크(8)에 접속되어 있다.

냉각용 통체(1)의 상부에 배치된 용융금속 공급수단인 도가니(15)는 흑연이나 질화규소등의 내화물로 형성되고, 바닥이 있는 원통상의 도가니 본체(26)와 이 도가니 본체(16)의 상단개구를 폐색하는 뚜껑(17)을 구비하여 이루어진다. 도가니 본체(16)의 외주에는 가열용의 유도코일(18)이 설치되어 있고 도가니 본체(16)의 바닥부(19)에는 상하방향으로 관통상의 노즐구멍(20)이 형성되어 있고, 이 노즐구멍(20)은 환상뚜껑(2)의 개구부(3)로 향하고 있다. 또, 도가니(15)의 뚜껑(17)에는 Si나 N<sub>2</sub> 등의 비활성가스의 압력매질

(力媒質)이나 압송된 용융금속을 주입하기 위한 주입구멍(21)이 형성되어 있고, 이 주입구멍(21)으로부터 불활성가스 등을 가압주입함으로써 도가니(15)내의 용융금속(22)이 노즐구멍(20)으로부터 개구부(3)를 통하여 냉각액층(9) 내측의 공간부(23)로 분출된다.

상기 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)에는 통상의 가스 아르마이즈법에서 사용되는 에어 또는 불활성가스 등의 압축가스를 분출시키기 위한 제트노즐(24)이 배치되어 있다. 이 노즐(24)은 환상뚜껑(2)의 개구부(3)를 통하여 삽입된 압축가스 공급관(27)의 선단에 부착되고, 이 노즐(24)의 분출구는 냉각액층(9) 및 도가니(15)의 노즐구멍(20)으로부터 분출된 세류상의 용융금속(25)으로 지향되어 있다.

상기 냉각액 분출유로(5)의 출구는 도면에서는 냉각용 통체(1)의 상부측면에 개구되어 있지만, 이 출구와 총두께조정용 링(10)까지의 거리가 긴 경우, 냉각용액이 흘러내리는 속도의 증대에 의하여 냉각액층(9)의 총두께가 중앙부에서 오목형상이 되기 쉬우므로, 냉각액 분출유로(5)의 출구는 냉각용 통체(1)의 상단과 총두께조정용 링(10)의 상면과의 중앙위치로부터 상기 링(10)의 상면까지 사이에 개구시키는 것이 좋다. 이와 같은 위치에 개구되더라도, 출구보다 상방은 원심력의 작용에 의하여 냉각액이 밀어올려져서 아래쪽과 거의 같은 일정한 두께의 냉각액층이 형성된다.

상기 구성에 있어서, 금속분말을 제조하는에는 우선 펌프(7)를 작동시켜 통체(1) 내주면에 냉각액층(9)을 형성하고, 다음에 도가니(15)내의 용융금속(22)을 노즐구멍(20)으로부터 아래쪽으로 분출한다. 이때 제트노즐(24)로부터 가스제트(26)를 고속으로 분출시켜, 도가니(15)로부터 분출된 세류상의 용융금속(25)에 제트노즐(24)로부터 분출된 가스제트(26)가 내뿜어지고, 이 용융금속(25)이 분단됨과 동시에 분단된 용적의 냉각액층(9)을 통하여 비산된다. 이 비산된 용적은 선화하면서 흘러내리는 냉각액층(9) 내에 주입되고 급냉 응고되어서 금속분말의 제조된다. 이 경우, 가스제트(26)와 용융금속(25)과의 충돌부로부터 냉각액층(9)까지의 거리를 적당히 설정함으로써 분말입자의 형상을 구형으로부터 편평한 부정형까지 변화시킬 수 있다. 즉, 냉각액층(9)까지의 거리를 짧게 하면, 가스제트(26)에 의하여 분단된 용적은 그 표면에 응고각(凝固角)을 형성하기 전에 냉각액층(9) 중에 주입되고, 냉각액층(9)에 의하여 재분단되기 때문에 미세한 부정형 분말이 얻어진다. 한편 상기 거리를 충분히 하면, 용적의 표면에 응고각이 형성되기 때문에 냉각액층(9)에 주입되더라도 대략 구형을 유지할 수가 있다.

그리고 냉각액층(9) 중의 금속분말은 냉각액과 같이 선화하면서 총두께조정용 링(10)을 넘어서 흘러내리고, 냉각용 통체(1)의 하단 개구로부터 액가름용 망체(11)로 들어간다. 여기서 냉각액은 원심력의 작용으

일차 탈액된 금속분말은 분말회수용기(12)에 들어가고, 여기서 배출되어 원심분리기등의 탈액장치에 의하여 탈액되고 건조장치에 의하여 건조된다. 또 망체(11)로부터 비산된 냉각액은 회수커버(13)를 통하여 탱크(8)로 되돌려져서 순환사용된다.

제2도는 금속분말 제조장치의 다른 실시예를 도시하고 있고, 상기 실시예의 제조장치와 같은 부재는 같은 부호로 도시하고 있다.

이 실시예에서는 냉각용 통체(1)는 통체축심이 경사지게 배치되어 있다. 냉각액 분출유로(5)는 두께가 두꺼운 냉각용 통체(1)에 직접 개설되어 있고, 냉각용통체(1)의 외주면에 개구된 냉각액 분출유로(5)의 입구는 펌프(7)에 배관 접속된다. 또 냉각용 통체(1)의 하단개구에는 그 개구를 폐색하기 위한 갈때기상의 폐색용 두껍(31)이 부착되어 있고, 그 저부에는 배출관(33)이 구비되어 있으며, 그 내부가 냉각액의 배출유로(32)로 되어 있다. 또 냉각용 통체(1)의 하부 내주면에는 상면이 테이퍼면으로 형성된 총두께조정용 링(10)이 볼트에 의하여 부착되어 있다. 상기 배출관(33)은 그것의 다른 끝 개구(출구)가 탱크(8)의 상부에 위치하도록 배관되어 있고, 그 도중에 유량조정밸브(34)가 설치되어 있다. 상기 탱크(8)의 상부 개구에는 망바구니(35)가 붙이고 떼는 것이 자유롭게 장착되어 있다.

이 실시예의 경우, 유량조정밸브(34)의 개폐를 적당히 조정함으로써 냉각액을 배출유로(32)내에 채운 상태로 배출할 수가 있다. 이 경우, 배출관(33)으로부터 가스의 유출을 저지할 수 있으므로 통체(1)의 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)의 제트노즐(24)로부터 분출된 가스제트(26)의 가스를 채울 수가 있다. 따라서 불활성 가스 등의 비산화성의 가스를 사용함으로써 분단된 용적의 산화를 유효하게 방지할 수 있다.

제3도는 금속분말 제조장치의 제3 실시예이고, 이 실시예에서는 냉각용 통체(1)의 내주면에 냉각액 분출유로(5)의 출구가 상하방향으로 복수단(2단) 개구되어 있다. 냉각액분출유로(5)의 통축방향의 단수(段數), 간격은 통체내경, 냉각액의 토출량, 분출압력, 마래쪽의 총두께조정용 링(10)의 설정거리 등에 의하여 다르지만, 거의 일정한 내경의 냉각액층(9)이 얻어지도록 적당한 단수를 대략 등간격으로 설치하면 좋다. 이 실시예에서는 총두께 조정용 링(10)의 상부에 냉각액 분출유로(5)가 복수단 설치되어 있으므로, 상기 링(10)의 상부에서 냉각액이 흘러내리는 속도의 증대에 의한 냉각액층(9)의 총두께의 감소를 방지할 수가 있고, 통체(1)의 내주면에 거의 일정한 내경, 일정한 선회유속의 냉각액층(9)을 넓은 범위에서 용이하게 형성할 수 있어, 냉각액을 넓은 범위로 설정할 수 있다. 또한, 등도에 도시한 바와 같이, 냉각액 분출유로(5)의 통축방향으로 인접하는 단사이에 각각 총두께조정용 링(10A)을 설치하여도 좋다. 이로써 냉각액층(9)의 총두께, 유속을 보다 한층 안정시킬 수가 있다. 그 중에서도 냉각액 분출유로(5)를 한단으로 하고 총두께 조정용 링을 복수단 설치하는 것만으로도 냉각액층(9)의 층의 두께의 감소를 방지하는 효과가 있다.

또 제3도의 제3 실시예에서는 망체(11)의 내주면에 흘러내림 완충용의 플랜지(28)가 볼트 등에 의하여 붙이고 떼기가 자유롭게 부설되어 있다. 이 플랜지(28)에 의하여 냉각액이 흘러내리는 속도가 늦어지므로, 보다 장시간의 탈액이 가능하게 되고 원심탈액을 효과적으로 행할 수가 있다.

제4도는 금속분말제조장치의 제4의 실시예를 도시하고 있고, 이 실시예에서는 냉각용 통체(1)는 통체축심이 경사지게 배치되어 있고, 그 내주면에 형성된 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)에 있어서 가스제트(26)가 V형으로 교차하도록 2개의 제트 노즐(24, 24)이 압축가스 공급관(27, 27)을 통하여 설치되어 있다. 상기 제트노즐(24, 24)의 노즐개구는 슬릿형이고, 가스제트(26)도 일정한 폭을 갖는 막상으로 되어 있으며, 그 교차상태에 있어서 단면이 도면과 같이 V형으로 되어 있다. 그리고 V형 가스제트의 교차역에서 용융금속(25)이 도가니(15)의 노즐구멍(20)으로부터 흘러내리고 분단되어 있다. 이와같은 V형 가스제트에 의하면, 분단효과는 우수하고 또 용융금속(25)이 흘러내리는 위치가 다소 어긋나더라도 분단된 용액을 교차역에서 냉각액층(9)의 내주면의 특정범위로 비산시켜 주입할 수가 있다. 더욱이 노즐개구가 역원추형의 슬릿으로 형성된 제트노즐을 사용하여 역원추형상의 연상 가스제트를 형성하고 그 교차부에 용융금속을 공급하도록 하여도 좋다. 또 선상 가스제트를 분출하는 제트노즐을 역원추형상으로 복수개 배치하고 역원추형상의 선상 가스제트의 집합체를 형성하고 그 교차부에 용융금속을 공급하도록 하여도 좋다.

상기 제3 및 제4 실시예에 있어서는, 냉각용통체(1)의 하단개구에는 역가름용 망체(11)가 연이어 설치되어 있고, 여기서 가스제트(26)를 형성한 가스가 유출되지만 그 하단개구에 제2도와 같이 배출관(33)을 구비한 폐색용 두껍(31)을 장치하여도 좋다. 이와 같은 구성에 의하면 배출관(33)의 도중에 설치된 유량조정밸브(34)를 조정함으로써 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)에 가스제트(26)를 형성한 가스를 용이하게 충전시킬 수가 있다.

또한, 상기 각 실시예에서는 냉각용통체(1)로서 원통상의 것을 도시하였지만 이에 한하지 않으며, 내주면이 냉각액의 이동방향에 따라 점차 축경하는 회전 대칭면으로 형성된 형상, 예를 들면 깔대기 형상으로 하여도 좋다. 회전포물면에 의하여 나팔형상으로 된 경우, 총두께조정용 플랜지를 장치하지 않더라도 일정한 내경의 냉각액층을 형성할 수가 있다. 또 냉각용 통체는 도시한 예에서는 그 통체 축심이 연직 내지 경사방향이 되도록 배치한 것을 도시하였지만 이에 한정되는 것은 아니고, 냉각수의 분출속도가 충분하고 통체 내주면에 원심력의 작용으로 냉각액층(9)이 형성되는 한, 통체축심의 방향은 문제가 되지 않는다.

또 도면의 예에서는, 총두께 조정용 링(10)은 그 윗면이 수평면 또는 테이퍼면으로 형성되어 있으나 이에 한정되지 않고, 예를 들면 링상단의 바깥둘레 가장자리로부터 하단의 안둘레 가장자리에 걸쳐서 점차적으로 지름을 줄여서 유선형 곡면으로 형성해도 좋다. 또 도가니(15)내의 용융금속(22)은 압력매질을 작용시켜 가압함으로써 노즐구멍(20)으로부터 분출되었지만, 압력매질을 작용시키지 않고 용융금속(22) 자체에 작용하는 중력(자중)에 의해 노즐구멍(20)으로부터 분출(유출)하도록 해도 된다.

또 본 발명의 제조대상인 분말의 재질은 알루미늄 또는 그 합금 등의 저융점 금속에 한정되지 않고, 티타늄, 니켈, 철 또는 그것들의 합금 등의 고용점 금속을 포함하여 특별하게 제한되지 않는다.

제1도에 설명한 제1 실시예의 금속분말 제조장치를 갖추고 있고 용융금속의 금속으로부터 금속분말의 제조, 탈액, 건조를 일괄해서 행하도록 한 금속분말의 연속 생산설비의 한 예의 전체구성도를 제5도 및 제6도에 도시한다. 본예에 의하면, 연속주탕장치(41)로부터 압송된 용융금속은 이미 설명한 금속분말 제조장

로서 다른 실시예의 것이 사용 가능한 것은 물론이다.

상기 연속주탕장치(41)는 내화성 단열재로 형성된 본체용기(46)를 구비하고 있고 그 용기(46)에는 뚜껑(47)에 의해 밀폐가 자유로운 금속용탕 공급구(48)가 개설되고, 불활성가스 등의 압력매질 공급관(49), 용기내의 용융금속(53)의 배출관(50)이 설치되어 있으며, 바닥부에는 유도가열용 코일(51)을 갖고 있는 오목부(52)가 설치되어 있다. 이 코일(51)에 의해서 용기(46)내의 용융금속(52)은 온도제어가 행해지며 압력매질 공급관(49)으로부터 주입되는 아르곤가스 등의 불활성가스에 의해 배출관(50)을 통하여 금속분말 제조장치(42)의 도가니(15)로 압송된다. 배출관(50)은 단열층의 형성이나 인덕션 히터 등의 적절한 보온수단에 의해 보온된다.

상기 금속분말제조장치(42)에 의해 제조된 금속분말은 액가름용 망체에 의해서 1차 탈액된 후의 잔류냉각액과 함께 분말회수용기(12)를 통하여 연속탈액기(43)로 공급되어 원심력의 작용으로 탈액된다. 연속탈액기(43)는 위쪽으로 지름이 확대된 회전드럼(55)을 구비하고 있고, 이 드럼(55)의 중간부의 플레릭은 다수의 세공을 갖고 있는 스크린 플레이트로 형성되고, 내주면에는 탈수축의 분말을 위쪽으로 송출하기 위한 볼록형상의 리브(56)가 다수 형성되어 있다. 회전드럼(55)의 외주면측에는 냉각액 회수커버(57)가 설치되어 있으며 탈액된 냉각액은 그 바닥부로부터 탱크(8)로 회수된다. 또 회전드럼(55)의 상부에는 금속분말 회수커버(58)가 설치되어 있고 배출슈트(59)가 부설되어 있다.

연속탈액기(43)의 배출슈트(59)로부터 배출된 습윤 금속분말은 이어서 연속건조장치(44)에 공급된다. 연속건조장치(44)는 다수의 세공을 가지는 유동상(61)을 갖고 있는 건조용기(62)와, 이 용기(62)의 상부로부터 습윤원료를 공급하기 위한 로터리 피더를 갖고 있는 공급장치(63)와, 상기 용기(62)의 하부로부터 열풍을 공급하기 위한 열풍발생장치(64)와, 상기 용기(62)의 상부로부터 배출된 배출가스로부터 미세분말을 회수하기 위한 사이클론(65)을 구비하고 있으며, 상기 용기(62)의 상부 및 하부측벽에는 배출관(66)이 부설되어 있다.

건조용기(62) 내에서는 유동층(67)이 형성되어 있으며, 습윤 금속분말은 유동층(67)속에서 열풍과 격렬하게 혼합되고 열교환되어 빠른 속도로 건조되며 통상 오우버 플로우에 의해 배출관(66)을 통하여 외부로 배내진다.

또한 본발명을 실시할 때에는, 연속주탕장치, 연속탈액기, 연속건조장치는 상기의 설명한 것에 한정되지 않고 시장에 공급되고 있는 적당한 것을 사용할 수 있다.

다음에 구체적인 금속분말의 제조실시예를 기재한다.

#### [제조실시예 1]

제7도에 도시하는 제조장치를 사용하여 알루미늄 합금분말을 제조하였다. 냉각용 통체(1)의 내경(0)는 100mm이며, 냉각액 분출유로(5)의 토출구는 냉각용 통체(1)의 상단과 총두께조정용 링(10)의 상단과의 중간위치에 설치했다. 냉각액분출유로(5)의 토출구의 지름은 11.5mm이며, 이것으로부터 0.3m<sup>3</sup>/min의 유량으로 냉각수를 분출시켰다. 그 결과 총두께조정용 링(10)의 외측에 내경(d) = 55mm, 길이(h) = 50mm, 수막면(水膜面)의 유속 43m/sec의 냉각액층(9)이 형성되었다.

도가니(15)로 1000℃의 용융알루미늄 합금(조성:wt%로 Al-12Si-1Mg-1Cu)을 용해하여 만들었다. 도가니(15)에 1.0kgf/cm<sup>2</sup>의 아르곤가스를 공급하여 도가니내의 용융금속(22)을 가압하고, 도가니(15)의 노즐구멍(20)으로부터 직경 2mm의 세류상의 용융금속을 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)으로 분출시켰다. 세류상의 용융금속(25)과 수평면이 이루는 분출각( $\theta_1$ )은 30°로 했다.

상기 공간부(23) 내에서 용융금속(25)을 향해서 노즐구멍의 직경 6mm인 제트노즐(24)로부터 에어제트(26)를 5kgf/cm<sup>2</sup>로 분출시켜서 불어내었다. 제트(26)와 수평면이 이루는 분출각( $\theta_2$ )은 45°로 했다. 또 제8도에 도시하는 바와 같이, 제트(26)와 세류상 용융금속(25)이 이루는 각도는 평면적으로 보고 용융금속(25)으로부터 냉각액층의 전회방향(A)으로 측정해서  $\theta_2 \sim 45^\circ$ 로 하였다.

그 결과, 제9도의 A에 도시하는 입도분포(어느 분말의 입경과, 분말전량에 대한 그 입격의 분말의 한량 중량%와의 관계)를 갖는 알루미늄 합금분말을 얻었다. 이 분말의 평균입경은 291.8 $\mu$ m이며, 겉보기 밀도는 0.90g/cm<sup>3</sup>이었다. 또 분말의 입자형상을 관찰한 결과, 편평부정(扁平不定)형상이었다. 따라서 에어제트에 의해서 분단된 용적은 냉각액층에 의해서 재분단된 것으로 추정된다.

비교를 위해서 용융금속을 향해 에어제트를 불어내는 점을 제외하고는 같은 조건으로 알루미늄 합금분말을 제조했다. 그 결과를 제9도의 B에 함께 표시했다. 이 경우의 평균 입경은 420 $\mu$ m, 겉보기 밀도는 0.70g/cm<sup>3</sup>이었다. 따라서 실시예에 있어서 에어제트를 불어냄으로써 미분화를 용이하게 달성할 수 있음을 확인했다.

#### [제조실시예 2]

제2도에 도시하는 제조장치를 이용해서 제조실시예 1과 같은 조성의 알루미늄 합금분말을 제조했다. 냉각용통체(1)의 내경은 200mm이며, 통체의 축심을 연직방향에 대해서 25°경사지게 했다. 냉각액 분출유로(5)의 토출구의 직경은 11.5mm이며, 이것으로부터 0.3m<sup>3</sup>/min의 유량으로 냉각수를 분출시켰다. 그 결과 관상의 뚜껑(2)과 총두께조정용 링(10)과의 사이에 내경 250mm, 길이 300mm, 평균유속 20m/sec의 냉각액층(9)이 형성되었다. 또 유량조정밸브(34)를 조정해서 배출유로(32)내에 냉각액이 채워지도록 했다.

도가니(15)로 1000℃의 용융알루미늄 합금을 용해하여 제조하고, 도가니(15)에 1.0kgf/cm<sup>2</sup>의 아르곤가스를 공급하여 도가니내의 용융금속(22)을 가압하고, 도가니(15)의 노즐구멍(20)으로부터 직경 2mm의 세류상 용융금속(25)을 연직하방으로 분출시켜 냉각액층(9) 내측의 공간부(23)로 공급했다.

상기 공간부(23) 내에서 용융금속(25)을 향해서 노즐구멍의 직경 6mm의 제트노즐(24)로부터 아르곤 가스 제트(26)를 10kgf/cm<sup>2</sup>로 분출시켜서 불어내어 용융금속(25)을 분말화했다. 용융금속(25)과 아르곤가스제트



얻어진 분말의 평균입경은 200 $\mu\text{m}$ , 겉보기밀도는 1.3g/cm<sup>3</sup>이며, 입경과 냉각속도와와의 관계를 제10도에 표시하였다. 또한 냉각속도는 분말입자의 금속조직에 의해 판단했다. 동도로부터 분말명에 의해 제조된 금속 분말은 입경이 100~1000 $\mu\text{m}$ 로 비교적 큰 것이라도 냉각속도가 10<sup>4</sup>~10<sup>6</sup>°C/sec이면 미세한 조직을 얻을 수 있다는 것을 알았다. 또한 동도면에 의해 0.1 $\mu\text{m}$ 의 입경의 경우 냉각속도는 10<sup>6</sup>°C/sec이상으로 추정된다.

다음에 분말중에 함유되는 가스량을 측정한 바, H<sub>2</sub> : 12ppm, O<sub>2</sub> : 500ppm이었다. 비교를 위해 유량조정밸브(34)를 완전히 열어서 배출관(33)내를 냉각수에 의해서 폐색하지 않도록 하고, 그 외의 것은 같은 조건으로 알루미늄 합금분말을 제조했다. 얻어진 분말의 가스함유량은 H<sub>2</sub> : 20ppm, O<sub>2</sub> : 820ppm이었다. 그것으로 실시에는 비교예에 대해서 가스함유량이 현저하게 감소되어 있음을 알 수 있다.

#### [제조실시예 3]

제조실시예 2와 똑같은 제조조건으로 철합금 분말을 제조했다. 단 철합금의 조성은 wt%로 Fe-1.3C-4Cr-3.5Mo-10W-3.5V-10Co이며, 용융온도는 1600°C로 했다.

만들어진 분말의 평균입경은 250 $\mu\text{m}$ 이며, 분말중에 함유된 가스량을 측정한 바, H<sub>2</sub> : 9ppm, O<sub>2</sub> : 580ppm, N<sub>2</sub> : 720ppm이었다. 또한 냉각액층의 평균유속을 5m/sec로 하고, 기타는 같은 조건으로 상기 조성의 철합금분말을 제조한 바, 가스함유량은 H<sub>2</sub> : 15ppm, O<sub>2</sub> : 1200ppm, N<sub>2</sub> : 740ppm이었다. 이것에 의해 냉각액층의 유속을 크게 할수록 용적의 주위에 발생된 냉각액증기는 용적으로부터 신속히 이탈하여 양호한 오염방지작용을 얻을 수 있음을 알 수 있다.

#### [산업상의 이용가능성]

본 발명은 분말알루미늄, 열간등방압가압, 열간단조, 열간압출 등의 원료분말, 합성수지, 고무, 금속 등으로의 복합합금분말, 전자러치/1브레이크용의 자성분체 등에 사용되는 금속분말 제조에 이용된다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

냉각용 통체의 내주면을 따라서 냉각액을 분출공급하고, 이 통체의 냉각액 배출단측으로 통체의 내주면을 따라서 선화하면서 이동하는 냉각액층을 형성하고; 이 냉각액층의 내측의 공간부에 용융금속을 공급하고; 이 용융금속에 냉각액층으로 지향하는 가스제트를 분사하여 분단시킴과 동시에 분단된 용융금속을 냉각액층에 공급하고; 냉각액층중에서 응고된 금속분말을 포함하는 냉각액을 통체의 냉각액 배출단으로부터 외부로 배출하는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 냉각액층중에서 응고된 금속분말을 포함하는 냉각액을 통체의 냉각액 배출단에 부착된 폐색용 뚜껑에 설치된 배출관으로부터 그 관내에 채우면서 외부로 배출하는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조방법.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 냉각액으로 물을 사용하고, 불활성 가스에 의해 가스제트를 형성하는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조방법.

#### 청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 냉각용통체가 원통형상인 것을 특징으로 하는 금속분말 제조방법.

#### 청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 용융금속이 중량에 의해 노즐구멍으로부터 분출되는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조방법.

#### 청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 냉각액과 함께 배출된 금속분말을 연속적으로 탈액한 후, 이어서 연속적으로 건조하는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조방법.

#### 청구항 7

내주면을 따라서 냉각액을 분출공급하기 위한 냉각액 분출유도(5)가 설치된 냉각용 통체(1)와; 상기 냉각액 분출유도(5)로부터 분출된 냉각액이 상기 통체(1)의 내주면을 따라서 선화하면서 통체(1)의 냉각액 배출단측으로 이동하도록 형성된 냉각액층(9)의 내측의 공간부(23)에 용융금속(25)을 공급하기 위한 용융금속공급수단(15)과; 이 용융금속(25)을 분단시킴과 동시에 분단된 용융금속을 냉각액층(9)으로 공급하기 위한 가스제트(26)를 분출하기 위한 가스제트 분출수단(27)과; 상기 냉각액 분출유도(5)에 냉각액을 공급하기 위한 냉각액 공급수단(7)을 구비하고 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조장치.

#### 청구항 8

제7항에 있어서, 냉각용 통체(1)의 냉각액 배출단에는 폐색용 뚜껑(31)이 설치되어 있고, 이 폐색용 뚜껑에서 냉각액을 관내에 채운 상태에서 이것을 배출하기 위한 배출관(33)이 설치되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조장치.

제7항 또는 제8항에 있어서, 냉각용 통체(1)가 원통형상인 것을 특징으로 하는 금속분말 제조장치.

#### 청구항 10

제9항에 있어서, 냉각용 통체(1)의 내주면에는 냉각액층(9)의 층두께조정을 링(10)이 장착되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조장치.

#### 청구항 11

제10항에 있어서, 복수개의 층두께조정용 링(10,10A)이 장착되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조장치.

도면

도면1

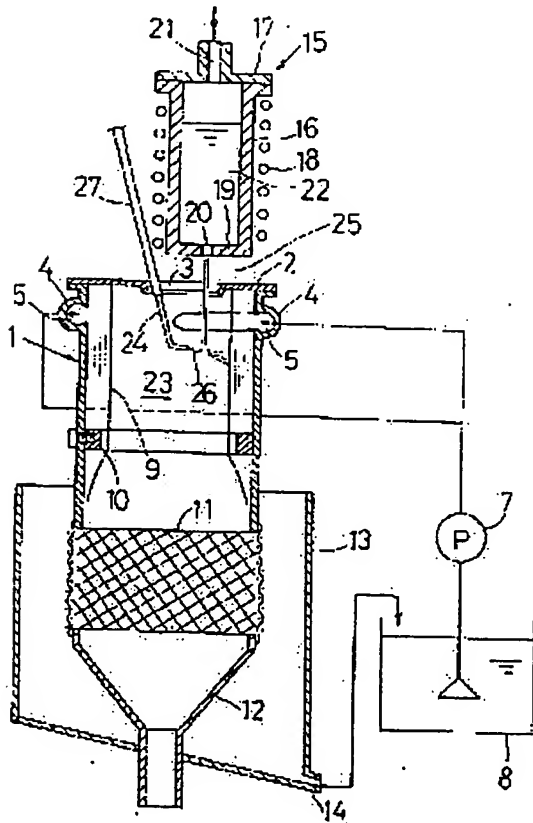


FIG 2

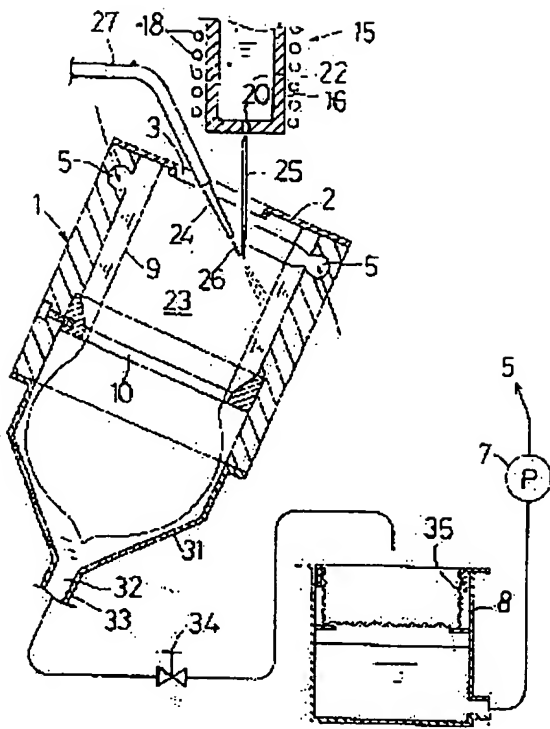


FIG 3

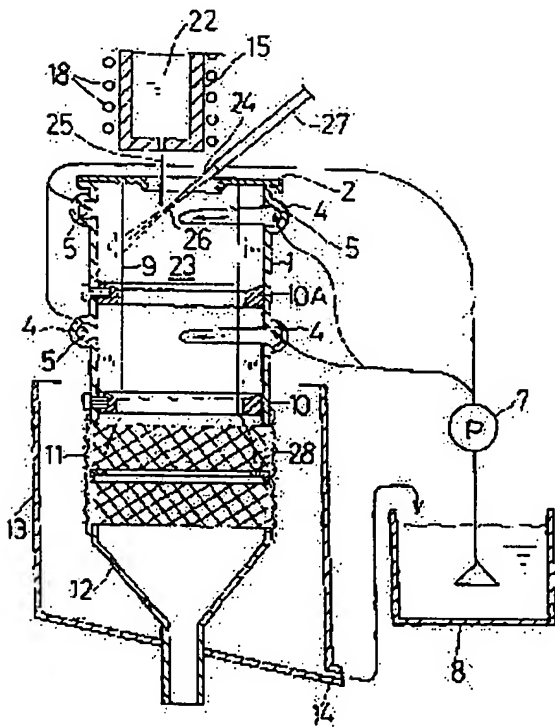


FIG 4

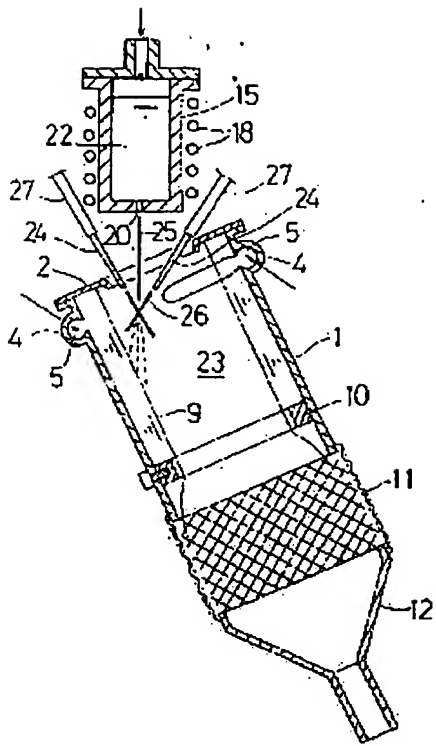
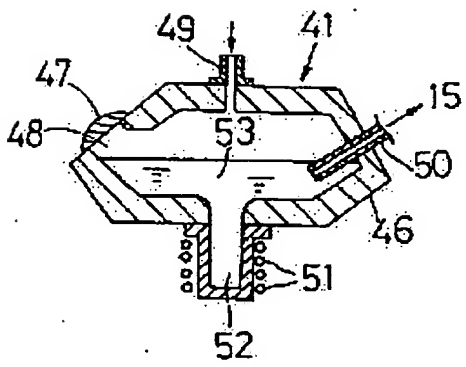
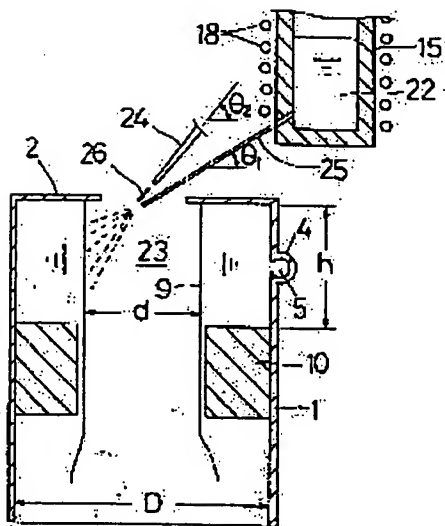
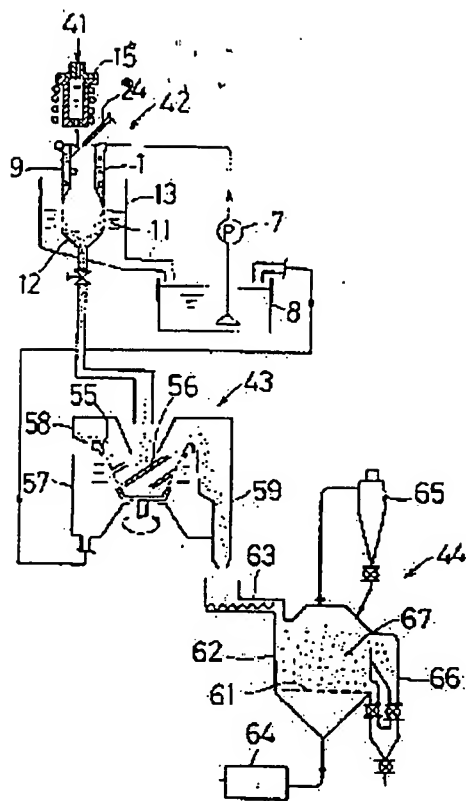
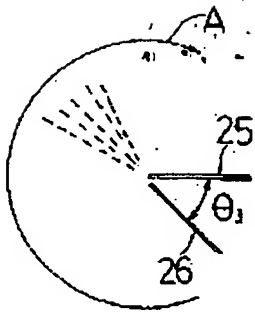


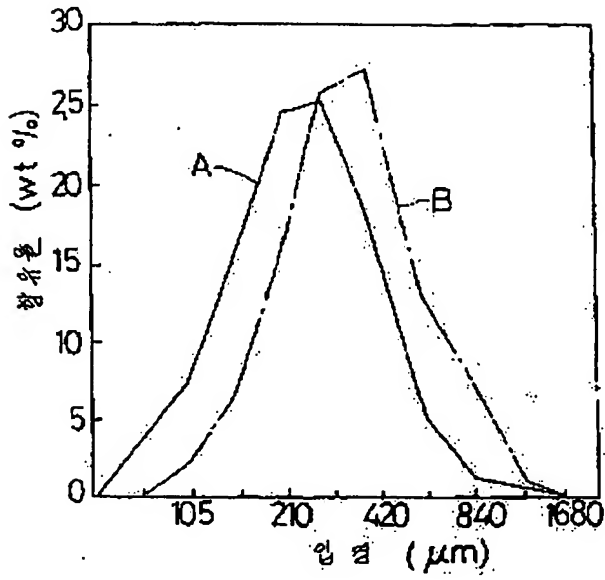
FIG 5



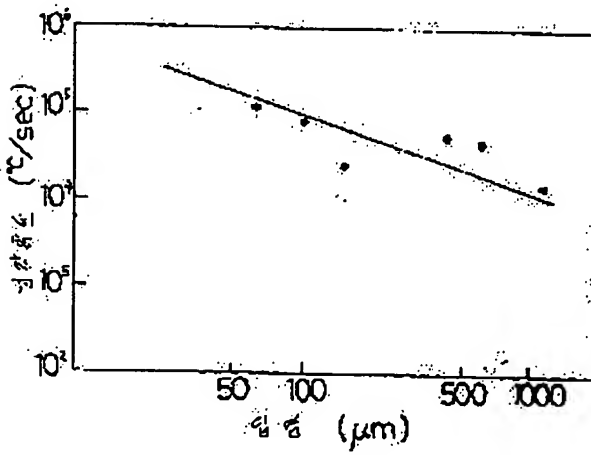




도 9



도 10





**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**